
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32690—
2014

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ

Определение пестицидов методом тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС/МС)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2015

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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. № 45-2014)

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

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 августа 2014 г. № 897-ст ГОСТ 32690—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт включает в себя основные нормативные положения следующих международных документов:

- европейских региональных стандартов EN 12393 (все части) Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS (Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды определения остатков пестицидов методами газовой хроматографии и тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии);

- европейского регионального стандарта EN 15637:2008 Foods of plant origin – Determination of pesticide residues using LC-MS/MS following methanol extraction and clean-up using diatomaceous earth [Продукция пищевая растительного происхождения. Определение остатков пестицидов методом тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии с экстракцией метанолом на диатомовой земле (кизельгуре)];

- Технического отчета CEN/TR 15641:2007 Food analysis – Determination of pesticide residues by LC-MS/MS – Tandem mass spectrometric parameters (Исследование пищевых продуктов. Определение остатков пестицидов методом тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии) Европейского комитета по стандартизации CEN/NC 275 «Методы анализа пищевых продуктов. Горизонтальные методы»

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартиформ, 2015

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

III

Содержание

1 Область применения	01
2 Нормативные ссылки	01
3 Сущность метода	02
4 Средства измерений, образцы сравнения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы	02
5 Отбор проб	03
6 Подготовка к проведению испытаний	03
7 Проведение испытаний	05
8 Обработка и оформление результатов испытаний	06
9 Метрологические характеристики	08
10 Контроль качества результатов измерений	08
11 Требования безопасности	08
Приложение А (справочное) Примеры ВЭЖХ-МС/МС систем для определения остаточных количеств пестицидов в соках и другой соковой продукции	10
Приложение Б (рекомендуемое) Примеры МС/МС параметров для определения активных веществ пестицидов	13
Приложение В (рекомендуемое) Внутренняя градуировка по способу добавленного пестицида	27
Приложение Г (справочное) Результаты эксперимента по оценке точности метода ВЭЖХ-МС/МС определения остаточных количеств пестицидов	28
Библиография	35

ПРОДУКЦИЯ СОКОВАЯ**Определение пестицидов методом тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС/МС)**

Juices and Juice Products.
Determination of pesticides by tandem high performance liquid mass spectrometry (HPLC-MS/MS)

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на соки и другую соковую продукцию из фруктов и овощей и устанавливает метод определения остаточных количеств пестицидов с применением тандемной высокоэффективной жидкостной хроматомасс-спектрометрии (далее – ВЭЖХ-МС/МС) в диапазоне измерений массовой концентрации от 0,0001 до 0,1000 мг/кг.

П р и м е ч а н и е – 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 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010–76 Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ OIML R 76-1–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042–83, ИСО 4788–80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ИСО 3696–2013 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ ИСО 5725-1–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-2–2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ 16317–87 Приборы холодильные электрические бытовые. Общие технические условия

ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные. Типы. Основные параметры и размеры

ГОСТ 26313–84 Продукты переработки плодов и овощей. Правила приемки, методы отбора проб

ГОСТ 26671–85 Продукты переработки плодов и овощей, консервы мясные и мясорастительные. Подготовка проб для лабораторных анализов

ГОСТ 28311–89 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29030–91 Продукты переработки плодов и овощей. Пикнометрический метод определения относительной плотности и содержания растворимых сухих веществ.

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835/1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 32689.1–2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 1. Общие положения

ГОСТ 32689.2–2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 2. Методы экстракции и очистки

ГОСТ 32689.3–2014 Продукция пищевая растительного происхождения. Мультиметоды для газохроматографического определения остатков пестицидов Часть 3. Определение и подтверждение результатов

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в предварительной экстракции остатков пестицидов метанолом, последующей очистке экстракта дихлорметаном и количественном определении массовой концентрации остатков пестицидов с применением ВЭЖХ-МС/МС с ионизацией распылением в электрическом поле [*Electrospray Ionization (ESI)*] и идентификацией компонентов в режиме контроля выбранных реакций [*Selected Reaction Monitoring (SRM)*].

4 Средства измерений, образцы сравнения, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Система аналитическая ВЭЖХ-МС/МС^{*} с трехквadrупольным масс-детектором для измерения в диапазоне масс от 10 до 3000 атомных единиц массы (а. е. м.), с точностью измерения массы не ниже 0,1 а. е. м, ионизацией распылением в электрическом поле, возможностями работы в режиме контроля выбранных реакций и сканирования дочерних и родительских ионов, минимальным отношением сигнал/шум $\geq 1000:1$, обеспечивающая обнаружение пестицидов в интервале от 0,0001 до 0,1000 мг/кг, включающая модуль ВЭЖХ, состоящий из бинарного насоса со смесителем; термостата хроматографической колонки, обеспечивающего температуру нагрева до 50 °С; хроматографической колонки с обращенно-фазовым сорбентом зернением 5 мкм C₁₈.

Весы, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более $\pm 0,001$ г по ГОСТ OIML R 76-1.

Баня ультразвуковая.

Центрифуга, обеспечивающая центробежное ускорение 3000 g (на дне стакана для центрифугирования).

Испаритель ротационный с водяной баней с возможностью регулирования температуры от комнатной до 100 °С.

Устройство для перемешивания проб, обеспечивающее частоту вращения до 120 об./мин.

Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру до 200 °С.

Холодильник бытовой по ГОСТ 16317.

Стеклоаналитическая колонка (картридж**) вместимостью 5 см³.

Вещества пестицидов активные для использования в качестве образцов сравнения с содержанием основного вещества не менее 98 %.

^{*} Дополнительная информация о рекомендуемых ВЭЖХ-МС/МС системах приведена в приложении А.

^{**} Допускается использование готовых колонок (картриджей), например, картриджи ChemElut (Varian, Palo Alto, CA, USA) или аналогичные. Данная информация является рекомендуемой и приведена для удобства пользователей настоящего стандарта.

Ацетонитрил для градиентной ВЭЖХ, оптическая плотность при 200 нм не более 0,025 ед. относительно дистиллированной воды, массовая доля воды не более 0,03 %.

Метанол для градиентной ВЭЖХ.

Аммоний муравьинокислый, ч. д. а.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч. д. а.

Дихлорметан, ч. д. а.

Вода для лабораторного анализа степени чистоты 1 по ГОСТ ИСО 3696.

Микрошприцы для инъекций вместимостью 0,001; 0,005 и 0,010 см³ точностью дозирования ± 0,0001, ± 0,0002 и ± 0,001 см³ соответственно.

Шприц стеклянный вместимостью 2 см³.

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2 и 5 см³ любого исполнения по ГОСТ 29227.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменной вместимости от 100 до 1000 мм³ с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311.

Стаканы для центрифугирования вместимостью 80 см³.

Стаканы вместимостью 50, 100 и 200 см³ по ГОСТ 25336.

Цилиндры мерные 2-го класса точности вместимостью 25, 50 и 250 см³ любого исполнения по ГОСТ 1770.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 25 и 50 см³ исполнений 2 или 2а по ГОСТ 1770.

Колбы плоскодонные вместимостью 50, 100 и 250 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы круглодонные вместимостью 50 см³ по ГОСТ 25336.

Колбы остродонные для упаривания вместимостью 10 и 50 см³ по ГОСТ 25336.

Пробирка для микропроб однократного применения (пробирка Эппендорфа) вместимостью 1,5 см³.

Емкости стеклянные вместимостью 50, 250 и 1000 см³ с пришлифованными стеклянными, фторопластовыми или полиэтиленовыми пробками.

Фильтры мембранные из политетрафторэтилена (ПТФЭ) диаметром 4 мм и размером пор 0,45 мкм.

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды, не уступающих вышеуказанным по метрологическим и техническим характеристикам и обеспечивающим необходимую точность измерения, а также реактивов и материалов по качеству не хуже вышеуказанных.

5 Отбор проб

Отбор проб – по ГОСТ 26313.

Подготовка и хранение проб – по ГОСТ 26671, ГОСТ 32689.1, ГОСТ 32689.2 и ГОСТ 32689.3.

6 Подготовка к проведению испытаний

6.1 Общие требования

Перед испытанием проводят предварительную подготовку лабораторной посуды, а также проверку качества реактивов и вспомогательных материалов согласно требованиям ГОСТ 32689.1, ГОСТ 32689.2 и ГОСТ 32689.3.

6.2 Приготовление вспомогательных растворов

6.2.1 Приготовление подвижных фаз

Подвижные фазы для хроматографического разделения готовят в соответствии с рекомендациями, приведенными в приложении А. Не допускается контакт подвижных фаз с резиной и полимерными материалами (за исключением ПТФЭ).

6.2.2 Приготовление раствора хлористого натрия

В стакан вместимостью 200 см³ вносят 20 г хлористого натрия и добавляют 80 г бидистиллированной воды. Содержимое стакана перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения соли. Не допускается контакт раствора с резиной и полимерными материалами (за исключением ПТФЭ).

Срок хранения готового раствора при комнатной температуре – не более 1 мес.

6.3 Приготовление растворов пестицидов

Все растворы пестицидов хранят в морозильной камере при температуре не выше минус 20 °С в стеклянных или фторопластовых сосудах.

Перед использованием растворы выдерживают до достижения комнатной температуры.

6.3.1 Приготовление основных растворов пестицидов номинального значения массовой концентрации 1000 мг/дм³

(100 ± 10) мг соответствующего активного вещества пестицида вносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки метанолом.

Срок хранения приготовленных растворов пестицидов при температуре не выше минус 20 °С – 6 мес.

6.3.2 Приготовление смесей растворов пестицидов

Для проведения испытания в зависимости от его задач из исходных растворов (см. 6.3.1) готовят смеси соответствующих пестицидов. Для этого в мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают соответствующие объемы необходимых градуировочных растворов пестицидов (см. 6.3.1), затем доводят объем в колбе до метки метанолом. Массовая концентрация пестицидов в смесях растворов пестицидов должна быть достаточной для приготовления требуемых стандартных растворов.

Срок хранения смесей растворов пестицидов при температуре не выше минус 20 °С – не более 3 мес.

6.3.3 Приготовление градуировочных растворов пестицидов в ацетонитриле

Необходимый объем смеси растворов пестицидов по 6.3.2 помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем в колбе метанолом. Требуемый объем смеси растворов пестицидов выбирают таким образом, чтобы соответствовать градуировочному интервалу концентраций пестицидов от 0,001 до 0,100 мг/дм³. Как правило, используют пять градуировочных растворов с массовыми концентрациями пестицидов 0,001, 0,025, 0,050, 0,075 и 0,100 мг/дм³. Примеры приготовления растворов приведены в таблице 1.

Таблица 1

Номер раствора	Объем исходного раствора пестицида по 6.3.1, см ³	Номинальное значение массовой концентрации пестицида, мг/дм ³
1	0,0001	0,001
2	0,0025	0,025
3	0,0050	0,050
4	0,0075	0,075
5	0,01	0,100

Примечание – Массовая концентрация пестицида 0,001 мг/см³ соответствует остаточному количеству пестицида в пробе 0,4 мг/кг (млн⁻¹) в случае использования 10 г пробы. Градуировочные растворы готовят непосредственно перед проведением серии испытаний.

6.4 Подготовка ВЭЖХ-МС/МС системы

Подготовку ВЭЖХ-МС/МС системы к испытаниям проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации оборудования и информацией, приведенной в приложении А. При настройке режимов работы масс-спектрометра рекомендуется использовать МС/МС параметры активных веществ пестицидов, приведенные в приложении Б.

При этом должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха от 20 °С до 25 °С;
- атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
- напряжение в электросети (220 ± 10) В;
- частота тока в электросети от 49 до 51 Гц;
- относительная влажность воздуха от 40 % до 80 %.

6.5 Градуировка ВЭЖХ-МС/МС системы

Процедуру установления градуировочной характеристики проводят в соответствии с руководством по эксплуатации оборудования и руководством пользователя программным обеспечением.

Рассчитывают коэффициент корреляции и отклонения рассчитанных значений массовых концентраций пестицидов в каждой градуировочной точке от фактического значения в соответствии с процедурой приготовления градуировочных растворов (см. 6.3.3).

Градуировку считают приемлемой, если коэффициент корреляции составляет не менее 0,995, а относительное отклонение рассчитанного значения массовой концентрации от фактического значения не более $\pm 10\%$.

Вместо относительного отклонения приемлемость градуировочной характеристики может быть оценена по относительному стандартному отклонению, которое не должно превышать 5 %.

7 Проведение испытаний

7.1 Экстракция

10 г предварительно тщательно перемешанного сока или другого сокового продукта вносят в стакан (пробирку) для центрифугирования вместимостью 80 см³ с винтовой укупоркой.

В стакан добавляют 1,0 см³ воды по ГОСТ ИСО 3696 (в случае осветленных соков и другой осветленной соковой продукции) или 1,5 см³ (в случае соков и другой соковой продукции с мякотью). Перемешивают содержимое стакана стеклянной палочкой, затем вносят 20 см³ метанола.

Смесь интенсивно перемешивают в течение 2 мин с помощью высокоскоростной мешалки. После перемешивания от 30 см³ полученного экстракта отбирают не менее 10 см³ и центрифугируют в течение 5 мин при 3000 g.

В сухую мерную колбу вместимостью 10 см³ вносят 2,5 см³ раствора хлористого натрия. Объем раствора в колбе доводят до метки с помощью надосадочной жидкости, полученной после центрифугирования экстракта. Полученную разбавленную надосадочную жидкость используют для очистки.

7.2 Очистка

5 см³ разбавленной надосадочной жидкости наносят на стеклянную колонку (картридж) вместимостью 5 см³, содержащую диатомовую землю (кизельгур). При необходимости содержимое колонки активируют в соответствии с указаниями его изготовителя. Картридж с внесенной пробой оставляют при комнатной температуре на 5 мин, затем проводят элюирование путем внесения в картридж 12,5 см³ дихлорметана. Элюат собирают в круглодонной колбе вместимостью 50 см³. Элюирование повторяют, добавляя следующие 12,5 см³ дихлорметана. Элюат добавляют в колбу к первой фракции.

С помощью ротационного испарителя объединенные элюаты концентрируют до объема 0,5 – 2,0 см³, затем отгоняют оставшийся дихлорметан в токе азота до получения сухого остатка.

В колбу с сухим остатком вносят 0,5 см³ метанола. Колбу закрывают чистой стеклянной шлифованной пробкой. Определяют массу колбы с содержимым и пробкой. Укупоренную колбу переносят в ультразвуковую баню и осторожным покачиванием (для предотвращения потерь метанола) растворяют остаток. После растворения повторно определяют массу колбы. Если он уменьшился из-за испарения метанола, первоначальную массу восстанавливают путем добавления необходимого количества метанола.

0,5 см³ полученного раствора анализируемой пробы в метаноле фильтруют через мембранный одноразовый фильтр из ПТФЭ. Прозрачный фильтрат используют для инъекции в ВЭЖХ-МС/МС систему.

7.3 Подготовка анализируемой пробы из концентрированной соковой продукции

Концентрированную соковую продукцию восстанавливают бидистиллированной водой до минимального уровня растворимых сухих веществ, предусмотренного нормативными документами на конкретную соковую продукцию.

Концентрированную соковую продукцию, минимальные уровни растворимых сухих веществ для которой не предусмотрены, восстанавливают бидистиллированной водой до содержания растворимых сухих веществ 11,2 %. Содержание растворимых сухих веществ контролируют по ГОСТ 29030.

Экстракцию и очистку восстановленных проб проводят по 7.1 – 7.2.

* Не допускается использование укупорки из резины или полимерных материалов, за исключением ПТФЭ.

7.4 Проведение испытаний

7.4.1 Общие условия

Инъекцию подготовленных по 7.1 и 7.2 анализируемых проб и градуировочных растворов пестицидов проводят в выбранной последовательности. Наиболее распространен способ, когда инъекция градуировочных растворов начинается и завершает серию инъекций проб.

ВЭЖХ-МС/МС система должна быть настроена на режим контроля выбранных реакций с переходами, обеспечивающими селективное детектирование анализируемых пестицидов. Примеры ВЭЖХ/СВЭЖХ-МС/МС систем, условия разделения и масс-спектрометрического детектирования приведены в приложении А.

7.4.2 Идентификация остатков пестицидов

Для идентификации остатков пестицидов, полученных на растворах анализируемых проб, их времена удерживания сравнивают со временем удерживания соответствующих пестицидов из градуировочных растворов. Для подтверждения присутствия остатков пестицидов проводят сравнение соотношения интенсивностей сигналов из первого и второго *SRM (MRM)*-перехода с соотношением интенсивностей сигналов остатков пестицидов из градуировочных растворов. Соотношение пиков для одного пестицида не должно отличаться более чем на 20 % от ожидаемого соотношения интенсивностей сигналов.

Для количественного определения пестицидов в анализируемой пробе используют градуировочные растворы по 6.3.3. Данный способ рекомендуется, если в ходе определения не выявляются существенные эффекты влияния матрицы пробы.

В случае если предполагается наличие значимых концентраций пестицидов, в том числе превышающих максимально допустимые уровни, количественное определение проводят по способу добавленного пестицида (см. 8.2).

8 Обработка и оформление результатов испытаний

8.1 Количественное определение без добавленного пестицида

Остаточное содержание $w_{п}$, в мг/кг, одного пестицида в анализируемой пробе сока или другой соковой продукции рассчитывают на основе площади (высоты) соответствующего пика по формуле

$$w_{п} = \frac{A - c}{b} \cdot \frac{V_{расч}}{m_a} \cdot \frac{V_{эк} \cdot V_2}{(V_2 - V_1) \cdot V_3} \cdot 1000, \quad (1)$$

где A – площадь пика, высота пика или соотношение пиков одного измеренного перехода при контроле выбранных реакций, выраженные в безразмерных единицах;

c – отрезок на соответствующих градуировочных прямых, в безразмерных единицах;

b – наклон соответствующих градуировочных прямых, в безразмерных единицах;

$V_{расч}$ – общий объем растворителя, использованного для экстракции, и воды, содержащейся в анализируемой пробе (30 см³);

m_a – масса анализируемой пробы, г;

$V_{эк}$ – конечный объем экстракта после очистки (0,5 см³);

V_2 – вместимость мерной колбы (10 см³);

V_1 – объем раствора хлорида натрия (2,5 см³);

V_3 – объем растворителя, использованный для очистки экстракта (5 см³).

При расчете учитывают коэффициент разбавления анализируемой пробы, определяемый в зависимости от условий ее приготовления согласно 7.1 – 7.3. В случае, если полученный результат показывает, что остаточное содержание пестицида превышает верхнюю границу диапазона градуировочной характеристики, подготавливают новую анализируемую пробу с большим разбавлением и проводят повторное испытание.

За результат измерений принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{3 \cdot |w_{пmax} - w_{пmin}| \cdot 100}{(w_{п1} + w_{п2} + w_{п3})} \leq CR_{0,95}, \quad (2)$$

где $W_{\text{Пмакс}}$, $W_{\text{Пмин}}$ – максимальное и минимальное значения из полученных трех результатов параллельных измерений, мг/кг;

$W_{\text{П1}}$, $W_{\text{П2}}$, $W_{\text{П3}}$ – результаты трех параллельных определений, мг/кг

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона, %.

Расхождение между тремя параллельными измерениями (в процентах от среднего значения), выполненными в одной лаборатории, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) $CR_{0,95}$, равного $3,6 \times RSD$ (приложение Г), при вероятности $P = 0,95$. При соблюдении этого условия за окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний согласно ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

8.2 Количественное определение с добавленным пестицидом

В случае, если в пробе присутствуют значимые количества пестицидов, в том числе превышающие максимально допустимые уровни, а также если матрица пробы содержит вещества, оказывающие влияние на результат, испытание проводят с добавлением в пробу различных количеств соответствующего пестицида. Данный способ требует предварительной информации об остаточном количестве пестицида(ов), рассчитанный согласно 8.1.

Растворы пестицидов для применения по способу добавленного пестицида должны быть схожи по своему составу с растворами анализируемых проб в отношении растворителя. В случае, если при испытании анализируемой пробы в 10 г определен остаточный уровень пестицида w_p , равный 0,8 мг/кг, применяют схему дозирования пестицида в соответствии с таблицей 3.

Т а б л и ц а 3

Компонент	Емкость 1	Емкость 2	Емкость 3	Емкость 4
Объем экстракта пробы $V_{\text{экп}}$, см ³	0,100 (0,25 г пробы)	0,100 (0,25 г пробы)	0,100 (0,25 г пробы)	0,100 (0,25 г пробы)
Объем градуировочного раствора пестицида (мкг/см ³), см ³	0	0,005	0,010	0,015
Полученная масса добавленного пестицида, г	0	0,001	0,002	0,003
Объем растворителя, см ³	0,015	0,010	0,005	0
Конечный объем, см ³	0,115	0,115	0,115	0,115

В случае обнаружения другого остаточного уровня используют соразмерную концентрацию градуировочного раствора пестицида и (или) более подходящий объем стандартного раствора пестицида и растворителя.

Количество пестицида в анализируемой пробе рассчитывают из графика линейной регрессии, описывающего зависимость площади пика пестицида от его массы в пробе (см. приложение В).

При использовании способа добавленного пестицида остаточное содержание $w_{\text{п}}$, в мг/кг, одного пестицида в анализируемой пробе сока или другой соковой продукции рассчитывают на основе площади (высоты) соответствующего пика по формуле

$$w_{\text{п}} = \frac{c}{b} \cdot \frac{V_{\text{раст}}}{m_a} \cdot \frac{V_{\text{эк1}} \cdot V_2}{(V_2 - V_1) \cdot V_3 \cdot V_{\text{эк2}}} \cdot 1000, \quad (3)$$

где c – отрезок на оси y на прямой линейной регрессии, в безразмерных единицах;

b – наклон соответствующих градуировочных прямых, в безразмерных единицах;

$V_{\text{раст}}$ – общий объем растворителя, использованного для экстракции, и воды, содержащейся в анализируемой пробе (30 см³);

m_a – начальная масса анализируемой пробы (5 или 10 г);

$V_{\text{эк1}}$ – конечный объем экстракта после очистки (0,5 см³);

V_2 – вместимость мерной колбы (10 см³);

V_1 – объем раствора хлорида натрия (2,5 см³);

V_3 – объем растворителя, использованный для очистки экстракта (5 см³);

$V_{\text{эк2}}$ – аликвотный объем экстракта после очистки (0,1 см³).

При расчете учитывают коэффициент разбавления анализируемой пробы, определяемый в зависимости от условий ее приготовления согласно 7.1 – 7.3.

За результат измерений принимают среднеарифметическое результатов трех параллельных определений, если выполняется условие приемлемости

$$\frac{3 \times |w_{\text{Пмакс}} - w_{\text{Пмин}}| \cdot 100}{(w_{\text{П1}} + w_{\text{П2}} + w_{\text{П3}})} \leq CR_{0,95}, \quad (4)$$

где $w_{\text{Пмакс}}$, $w_{\text{Пмин}}$ – максимальное и минимальное значения из полученных трех результатов параллельных измерений, мг/кг;

$w_{\text{П1}}$, $w_{\text{П2}}$, $w_{\text{П3}}$ – результаты трех параллельных определений, мг/кг

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона, %.

Расхождение между тремя параллельными измерениями (в процентах от среднего значения), выполненными в одной лаборатории, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) $CR_{0,95}$, равного $3,6 \times RSD$ (приложение Г), при вероятности $P = 0,95$. При соблюдении этого условия за окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение трех параллельных определений, округленное до третьего десятичного знака.

Результаты измерений регистрируют в протоколе в соответствии с ГОСТ ИСО/МЭК 17025.

8.3 Оформление результата определений

Результат определения по 8.1 и 8.2 представляют в виде $W_{\text{П}} = w_{\text{Пср}} \pm U$, мг/кг, где $w_{\text{Пср}}$ – среднеарифметическое значение трех параллельных определений, U – расширенная неопределенность измерений. При этом расширенная неопределенность определяется с учетом относительного стандартного отклонения для соответствующего пестицида, его количества (приложение Г) и коэффициента охвата 2 (при $P = 0,95$).

9 Метрологические характеристики

Результаты эксперимента по оценке точности метода определения остаточных количеств пестицидов, проведенного в рамках межлабораторного исследования, приведены в приложении Г в соответствии с ГОСТ 32689.1, ГОСТ 32689.2 и ГОСТ 32689.3, [1] и [2].

10 Контроль качества результатов измерений

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с использованием проверки стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта. Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутрिलाбораторных документах системы качества. При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

11 Требования безопасности

11.1 Условия проведения работ

При проведении анализов следует соблюдать условия:

- электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и технической документации на масс-спектрометр;
- взрывобезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.010;
- пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004;
- безопасности при работе с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

11.2 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений, обработке и оформлению результатов допускаются инженер-химик, техник или лаборант, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и изучившие инструкцию по эксплуатации масс-спектрометрического оборудования. Первое применение метода ВЭЖХ-МС/МС в лаборатории следует проводить под руководством специалиста, владеющего теорией метода и имеющего практические навыки в этой области.

Приложение А
(справочное)

Примеры ВЭЖХ-МС/МС систем для определения остаточных количеств пестицидов в соках и другой соковой продукции

А.1 ВЭЖХ система № 1 (для большинства пестицидов)Насос для ВЭЖХ: *HP1100 Binary Pump (G1312A)*.Автоматический податчик проб: *HP1100 (G1313A)*.

Программа работы инжектора: загрузка в микрошприц $0,003 \text{ см}^3$ подвижной фазы А, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ пробы, промывка иглы микрошприца метанолом, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ подвижной фазы А, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ пробы, промывка иглы метанолом, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ подвижной фазы А, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ пробы, промывка иглы метанолом, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ подвижной фазы А, загрузка $0,002 \text{ см}^3$ пробы, промывка иглы метанолом, загрузка $0,003 \text{ см}^3$ подвижной фазы А.

Хроматографическая колонка: *Phenomenex Aqua C18* с размером зерна сорбента 5 мкм, 125 \AA , длиной 50 мм, внутренним диаметром 2 мм.

Подвижная фаза А: смесь метанола и бидистиллированной воды в объемном отношении 2 : 8 с добавленным муравьинокислым аммонием концентрацией 5 ммоль/дм^3 .

Подвижная фаза Б: смесь метанола и бидистиллированной воды в объемном отношении 9 : 1 с добавленным муравьинокислым аммонием концентрацией 5 ммоль/дм^3 .

Температура хроматографической колонки: $20 \text{ }^\circ\text{C}$.

Скорость подвижной фазы и градиент приведены в таблице А.1.

Т а б л и ц а А.1 – Скорость подвижной фазы и градиент

Время, мин	Скорость подвижной фазы, мм ³ /мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0	200	100	0
11	200	0	100
23	200	0	100
25	200	100	0
33	200	100	0

А.2 ВЭЖХ система № 2 (для большинства пестицидов)Объем пробы для инъекции: $0,005 \text{ см}^3$.

Хроматографическая колонка: *Zorbax XDB C18* с размером зерна сорбента 3,5 мкм, длиной 150 мм, внутренним диаметром 2,1 мм.

Подвижная фаза А: раствор муравьинокислого аммония в бидистиллированной воде молярной концентрации 5 ммоль/дм^3 .

Подвижная фаза Б: раствор муравьинокислого аммония в метаноле молярной концентрации 5 ммоль/дм^3 .

Температура хроматографической колонки: $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

Скорость подвижной фазы и градиент приведены в таблице А.2.

Т а б л и ц а А.2 – Скорость подвижной фазы и градиент

Время, мин	Скорость подвижной фазы, мм ³ /мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0	300	50	50
20	300	0	100
25	300	0	100
26	300	50	50
30	300	50	50

А.3 ВЭЖХ система № 3 (для полярных пестицидов, которые проявляют низкое удерживание на обращенно-фазовых колонках)

Объем пробы для инъекции: $0,003 \text{ см}^3$ (автоматическое разбавление с $0,003 \text{ см}^3$ подвижной фазы А во время инъекции) **.

Хроматографическая колонка: *Phenomenex Aqua C18* с размером зерна сорбента 3 мкм, 125 \AA , длиной 150 мм, внутренним диаметром 2 мм.

Подвижная фаза А: раствор муравьинокислого аммония в бидистиллированной воде молярной концентрации 5 ммоль/дм^3 .

* Данные примеры являются рекомендуемыми и приведены для удобства пользователей настоящего стандарта.

** Если конструкция системы не предусматривает автоматическое разбавление пробы в инжекторе, то проводят ее ручное разбавление подвижной фазой А в соотношении 1:1. Разбавленную анализируемую пробу вводят в систему в количестве $0,006 \text{ см}^3$.

Подвижная фаза Б: раствор муравьинокислого аммония в метаноле молярной концентрации 5 ммоль/дм³.
Температура хроматографической колонки: 40 °С.
Скорость подвижной фазы и градиент приведены в таблице А.3.

Т а б л и ц а А.3 – Скорость подвижной фазы и градиент

Время, мин	Скорость подвижной фазы, мм ³ /мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	100	100	0
3,0	100	30	70
6,0	300	15	85
9,0	300	10	90
20,5	300	10	90
21,0	300	100	0
32,0	300	100	0

А.4 ВЭЖХ система № 4 (для кислых пестицидов)

Объем пробы для инъекции: 0,005 см³.

Хроматографическая колонка: *Zorbax XDB C18* с размером зерна сорбента 3,5 мкм, длиной 150 мм, внутренним диаметром 2,1 мм.

Подвижная фаза А: раствор концентрированной уксусной кислоты в бидистиллированной воде массовой концентрации 0,1 см³/дм³.

Подвижная фаза Б: раствор концентрированной уксусной кислоты в ацетонитриле массовой концентрации 0,1 см³/дм³.

Температура хроматографической колонки: 40 °С.

Скорость подвижной фазы и градиент приведены в таблице А.4.

Т а б л и ц а А.4 – Скорость подвижной фазы и градиент

Время, мин	Скорость подвижной фазы, мм ³ /мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,0	300	80	20
20,0	300	0	100
22,0	300	0	100
22,1	300	80	20
30,0	300	80	20

А.5 СВЭЖХ (сверхпроизводительная) система № 5 (для большинства пестицидов)

Аппаратная платформа: *Waters Aquity UPLC System*.

Объем пробы для инъекции: 0,002 см³.

Хроматографическая колонка: *Waters HSS T3* с размером зерна сорбента 1,8 мкм, длиной 150 мм, внутренним диаметром 2,1 мм.

Подвижная фаза А: смесь метанола и бидистиллированной воды в объемном отношении 1:20 с добавленным муравьинокислым аммонием молярной концентрации 5 ммоль/дм³.

Подвижная фаза Б: метанол.

Температура хроматографической колонки: 60 °С.

Скорость подвижной фазы и градиент приведены в таблице А.5.

Т а б л и ц а А.5 – Скорость подвижной фазы и градиент

Время, мин	Скорость подвижной фазы, мм ³ /мин	Подвижная фаза А, %	Подвижная фаза Б, %
0,00	450	100,0	0,0
0,20	450	100,0	0,0
10,90	450	1,0	99,0
11,90	450	1,0	99,0
12,00	450	0,1	99,9
14,00	450	0,1	99,9
14,10	450	100,0	0,0
16,00	450	100,0	0,0

А.6 Масс-спектрометр (МС/МС система № 1)

Аппаратная платформа: *Applied Biosystems API 2000*.

Ионный источник: *Turbo Ion Spray* (ионизация распылением в электрическом поле).

Параметры настройки ионного источника и общие параметры масс-спектрометра приведены в таблице

А.6.

Т а б л и ц а А.6

Параметры	Значение
Противоточный газ	Азот (241 кПа)
Коллизионный газ	Азот (две единицы прибора)

Окончание таблицы А.6

Параметры	Значение
Напряжение ионного распыления	5500 В
Распылительный газ (G1)	Азот (413 кПа)
Вспомогательный газ (G2)	Азот (413 кПа)
Температура G2	400 °С
Разрешение MS1	Одна единица прибора
Разрешение MS2	Одна единица прибора
Время задержки (<i>dwell time</i>)	25 мс
Потенциал фокусировки	360 В

А.7 Масс-спектрометр (МС/МС система № 2)Аппаратная платформа: *Micromass Quattro LC*.

Ионный источник: ионизация распылением в электрическом поле.

Параметры настройки ионного источника и общие параметры масс-спектрометра приведены в таблице

А.7.

Таблица А.7

Параметры	Значение
Давление газовой ячейки	$9,2 \times 10^{-4}$ мбар
Напряжение капилляра	3500 В
Распылительный газ	Азот (93 дм ³ /ч)
Десольватационный газ	Азот (552 дм ³ /ч)
Температура десольватации	350 °С
Разрешение MS1 (low mass)	14,7
Разрешение MS1 (high mass)	14,7
Разрешение MS2 (low mass)	14,7
Разрешение MS2 (high mass)	14,7

А.8 Масс-спектрометр (МС/МС система № 3)Аппаратная платформа: *Applied Biosystems API 5500*.Ионный источник: *Turbo Ion Spray* (ионизация распылением в электрическом поле).

Параметры настройки ионного источника и общие параметры масс-спектрометра приведены в таблице

А.7.

Таблица А.8

Параметры	Значение
Противоточный газ	Азот (276 кПа)
Коллизионный газ	Азот (восемь единиц прибора)
Напряжение ионного распыления	5500 В
Распылительный газ (G1)	Воздух (276 кПа)
Вспомогательный газ (G2)	Воздух (345 кПа)
Температура G2	400° С
Разрешение MS1	Одна единица прибора
Разрешение MS2	Одна единица прибора
Время задержки (<i>dwell time</i>)	Переменное

А.9 Допускается использовать другие аналитические системы ВЭЖХ-МС/МС и подготовки проб, находящиеся в продаже, например, *Agilent 1260 Infinity Binary LC* или *1290 Infinity LC system, Agilent 6400 Series Triple Quadrupole LC-MS system, Agilent Pesticide Test Mix, PIN 5190-0469 acid and base diluted separately as instructed to 10 ppb in 10 % acetonitrile-90 % water*. Системы для проведения аналитического измерения и подготовки проб должны обеспечивать соблюдение условий определения, установленные настоящим стандартом.

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

Приложение Б
(рекомендуемое)

Примеры МС/МС параметров для определения активных веществ пестицидов

Б.1 Специфичные параметры масс-спектрометрии активных веществ пестицидов приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
2,4-D	94-75-7	ESI ⁻	[M-H] ⁻	219,0	-21	160,9	-14	124,9	-34	0,69	***
2,4-DB	94-82-6	ESI ⁻	[M-H] ⁻	247,0	-66	160,8	-12	124,9	-34	0,86	***
2-Нафтило- ксиуксусная кислота	120-23-0	ESI ⁺	[M+NH4] ⁺	220,1	36	157,1	19	127,1	43	0,66	с.о.
2-Нафтило- ксиуксусная кислота	120-23-0	ESI ⁻	[M-H] ⁻	201,1	-71	143,0	-18	114,9	-50	0,66	***
3,4,5- Триметакарб	2686-99-9	ESI ⁺	[M+H] ⁺	194,1	61	137,1	15	122,0	35	0,86	****
4-CPA	122-88-3	ESI ⁻	[M-H] ⁻	185,0	-71	126,8	-18	140,7	-12	0,47	**
Ацефат	30560-19-1	ESI ⁺	[M+H] ⁺	184,1	6	124,9	25	142,9	13	0,11	****
Ацетамиприд	135410-20-7	ESI ⁺	[M+H] ⁺	223,0	36	126,0	27	90,1	45	0,58	****
Ацибнзолар-S- метил	135158-54-2	ESI ⁺	[M+H] ⁺	210,9	26	136,1	39	140,0	31	0,92	**
Аклонифен	74070-46-5	ESI ⁺	[M+H] ⁺	265,0	56	182,1	39	218,0	33	0,99	**
Акринатрин	101007-06-1	ESI ⁺	[M+NH4] ⁺	559,1	26	208,1	23	181,1	43	1,20	*
Алахлор	15972-60-8	ESI ⁺	[M+H] ⁺	270,1	31	238,1	15	162,2	25	0,97	****
Алдикарб	116-06-3	ESI ⁺	[M+NH4] ⁺	208,1	1	89,1	21	116,0	13	0,66	****
Алдикарб- сульфоксид	1646-87-3	ESI ⁺	[M+H] ⁺	207,1	36	89,1	17	131,9	11	0,15	****
Альдоксикарб	1646-88-4	ESI ⁺	[M+NH4] ⁺	240,1	11	148,0	19	86,1	27	0,19	****
Аплексидим	55634-91-8	ESI ⁺	[M+H] ⁺	324,2	11	178,3	27	234,2	19	0,77	****
Аметрин	834-12-8	ESI ⁺	[M+H] ⁺	228,1	36	186,2	25	96,1	35	0,90	****
Амидосульфур он	120923-37-7	ESI ⁺	[M+H] ⁺	370,0	21	217,9	31	260,9	19	0,46	****
Аминокарб	2032-59-9	ESI ⁺	[M+H] ⁺	209,1	16	152,1	19	137,2	31	0,74	****
Амитраз	33089-61-1	ESI ⁺	[M+H] ⁺	294,2	16	163,1	21	122,1	41	1,19	****
Амитрол	61-82-5	ESI ⁺	[M+H] ⁺	85,0	51	58,2	29	57,0	23	0,07	**
Арамит	140-57-8	ESI ⁺	[M+NH4] ⁺	352,1	41	191,2	19	105,0	57	1,09	****
Атразин	1912-24-9	ESI ⁺	[M+H] ⁺	216,1	21	174,0	25	103,9	27	0,83	****
2-Гидрокси- атразин	2163-68-0	ESI ⁺	[M+H] ⁺	198,1	66	69,0	47	156,2	25	0,65	****
Десэтил- атразин	6190-65-4	ESI ⁺	[M+H] ⁺	188,1	56	104,0	33	146,0	25	0,59	***
Десэтил-2- гидрокси- атразин	6190-65-4	ESI ⁺	[M+H] ⁺	170,1	66	128,1	23	86,0	31	0,14	****
Десизопропил- атразин	1007-28-9	ESI ⁺	[M+H] ⁺	174,1	56	104,2	31	96,0	27	0,39	***

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
Авермектин В1а	65195-55-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	890,5	41	305,1	35	145,2	43	1,33	***
Авермектин В1б	65195-56-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	876,5	41	291,1	35	145,2	43	1,26	***
Азакназол	60207-31-0	ESI +	[M+H] ⁺	300,0	56	231,0	23	159,0	37	0,86	****
Азаметифос	35575-96-3	ESI +	[M+H] ⁺	325,0	16	183,0	21	139,2	33	0,74	****
Азимсульфу- рон	120162-55-2	ESI +	[M+H] ⁺	425,1	31	182,1	23	156,1	43	0,55	***
Азифос-этил	2642-71-9	ESI +	[M+H] ⁺	346,0	26	132,2	21	160,2	15	0,96	****
Азифос-метил	86-50-0	ESI +	[M+H] ⁺	318,0	16	132,2	21	160,2	13	0,89	****
Азоциклотин	41083-11-8	ESI +	[M-OH] ⁺	369,2	76	204,8	23	287,0	17	с.о.	с.о.
Азоксистробин	131860-33-8	ESI +	[M+H] ⁺	404,1	36	371,9	19	343,9	29	0,90	****
Бефлубутамид	113614-08-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	373,1	26	91,2	47	162,1	39	1,00	***
Беналаксил	71626-11-4	ESI +	[M+H] ⁺	326,2	26	148,2	27	208,2	21	1,01	****
Бендиокарб	22781-23-3	ESI +	[M+H] ⁺	224,1	6	167,2	13	108,9	21	0,76	****
Бенфуракарб	82560-54-1	ESI +	[M+H] ⁺	411,2	1	195,1	31	252,0	19	1,05	****
Беномил	17804-35-2	ESI +	[M+H] ⁺	291,1	16	160,1	35	192,2	17	1,03	**
Бенсульфури- нометил	83055-99-6	ESI +	[M+H] ⁺	411,1	51	148,9	27	119,0	51	0,85	***
Бентазон	25057-89-0	ESI -	[M-H] ⁻	239,1	-51	132,0	-32	197,0	-24	0,33	***
Бензоксимат	29104-30-1	ESI +	[M+H] ⁺	364,1	1	199,1	17	105,1	35	1,02	****
Бифенокс	42576-02-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	358,9	6	309,9	17	189,1	35	1,04	**
Бифентрин	82657-04-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	440,1	36	181,2	21	166,2	55	1,33	****
Биналакрил	485-31-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	340,1	26	83,2	21	54,9	63	1,23	*
Биоресметрин	28434-01-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	356,2	21	171,2	21	128,1	53	1,23	с.о.
Битертанол	55179-31-2	ESI +	[M+H] ⁺	338,2	1	70,0	25	269,2	15	1,02	***
Боскалид	188425-85-6	ESI +	[M+H] ⁺	343,0	71	307,0	27	139,9	27	0,92	****
Бромацил	314-40-9	ESI +	[M+H] ⁺	261,0	21	205,0	19	187,9	37	0,75	***
Бромфос- этил	4824-78-6	ESI +	[M+H] ⁺	394,9	51	338,7	23	366,9	17	1,20	**
Бромоксинил	1689-84-5	ESI -	[M-H] ⁻	273,9	-46	79,0	-36	80,9	-40	0,56	***
Бромукназол	116255-48-2	ESI +	[M+H] ⁺	378,0	46	159,0	37	69,9	35	0,95	***
Балиримат	41483-43-6	ESI +	[M+H] ⁺	317,1	31	166,1	33	108,1	35	0,98	****
Бапрофецин	69327-76-0	ESI +	[M+H] ⁺	306,2	6	201,2	17	116,2	21	1,09	****
Батафенацил	134605-64-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	492,1	36	180,1	59	331,0	29	0,95	**
Батокарбок- сим	34681-10-2	ESI +	[M+NH4] ⁺	208,1	1	116,1	11	75,0	15	0,66	****
Беналаксил	71626-11-4	ESI +	[M+H] ⁺	326,2	26	148,2	27	208,2	21	1,01	****
Батокарбок- сим- сульфоксид	34681-24-8	ESI +	[M+H] ⁺	207,1	6	131,9	11	75,0	19	0,13	****
Батоксикар- боксим	34681-23-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	240,1	6	106,0	19	166,0	13	0,18	**
Батурон	3766-50-7	ESI +	[M+H] ⁺	237,1	41	84,1	21	126,1	37	0,85	с.о.
Батилат	2008-41-5	ESI +	[M+H] ⁺	218,2	66	57,1	29	156,2	17	1,07	***
Кадусафос	95465-99-9	ESI +	[M+H] ⁺	271,1	66	159,0	19	97,0	47	1,05	***
Карбарил	63-25-2	ESI +	[M+H] ⁺	202,1	11	144,9	15	127,0	35	0,79	****
Карбендазим	10605-21-7	ESI +	[M+H] ⁺	192,1	41	160,0	25	132,0	41	0,64	****
Карбетаимид	16118-49-3	ESI +	[M+H] ⁺	237,1	21	118,1	19	192,0	13	0,72	****
Карбофуран	1563-66-2	ESI +	[M+H] ⁺	222,1	16	165,1	17	123,0	29	0,75	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
3-Гидрокси- карбофуран	16655-82-6	ESI +	[M+H] ⁺	238,1	21	181,1	15	163,1	19	0,56	***
Карбосульфат	55285-14-8	ESI +	[M+H] ⁺	381,2	36	118,1	25	160,2	21	1,31	***
Карбоксин	5234-68-4	ESI +	[M+H] ⁺	236,1	26	142,9	21	86,9	33	0,78	****
Карфентразон- этил	128639-02-1	ESI +	[M+H] ⁺	412,0	66	365,9	25	345,9	31	0,99	***
Картап- гидрохлорид	15263-52-2	ESI +	[M+H] ⁺	238,1	26	73,0	37	150,1	19	0,14	**
Хинометонат	2439-01-2	ESI +	[M+H] ⁺	234,9	41	207,1	21	163,0	39	0,72	*
Хлорбромурон	13360-45-7	ESI +	[M+H] ⁺	292,9	51	182,1	23	204,0	21	0,92	***
Хлорбуфам	1967-16-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	241,0	6	172,1	17	154,1	27	0,91	***
Хлорфенвин- фос	470-90-6	ESI +	[M+H] ⁺	358,9	36	155,0	19	99,2	43	1,00	****
Хлорфлуазу- рон	71422-67-8	ESI +	[M+H] ⁺	539,9	71	158,0	27	383,0	27	1,19	***
Хлорфлуазу- рон	71422-67-8	ESI -	[M-H] ⁻	538,0	-36	517,9	-18	354,9	-28	1,18	с.о.
Хлоридазон	1698-60-8	ESI +	[M+H] ⁺	222,0	56	92,2	35	104,2	31	0,58	****
Хлоримурон- этил	90982-32-4	ESI +	[M+H] ⁺	415,0	46	121,1	53	186,1	27	0,76	***
Хлормефос	24934-91-6	ESI +	[M+H] ⁺	234,9	31	97,0	33	143,0	19	0,98	*
Хлоробензилат	510-15-6	ESI +	[M+NH4] ⁺	342,0	21	307,1	17	139,1	47	1,05	*
Хлоротолурон	15545-48-9	ESI +	[M+H] ⁺	213,1	36	72,0	33	140,0	33	0,83	****
Хлороксурон	1982-47-4	ESI +	[M+H] ⁺	291,1	51	72,0	41	218,1	33	0,95	****
Хлорпирифос	2921-88-2	ESI +	[M+H] ⁺	349,9	21	96,9	41	198,0	25	1,13	***
Хлорпирифос- метил	5598-13-0	ESI +	[M+H] ⁺	321,9	26	125,1	27	289,8	25	1,04	**
Хлорсульфу- рон	64902-72-3	ESI +	[M+H] ⁺	358,0	51	141,0	23	167,0	25	0,59	****
Хлортиамид	1918-13-4	ESI +	[M+H] ⁺	205,9	36	118,9	55	154,0	45	0,57	**
Хлортиофос	60238-56-4	ESI +	[M+H] ⁺	360,9	41	305,0	21	333,0	17	1,16	****
Цинидон-этил	142891-20-1	ESI +	[M+NH4] ⁺	411,1	41	348,0	29	107,2	45	1,11	***
Циносульфу- рон	94593-91-6	ESI +	[M+H] ⁺	414,1	36	182,9	23	214,9	21	0,62	****
Клетодим	99129-21-2	ESI +	[M+H] ⁺	360,1	46	268,2	17	164,0	25	0,92	**
Клетодим	99129-21-2	ESI -	[M-H] ⁻	358,1	-66	238,1	-30	с.о.		0,85	с.о.
Клетодим- имин-сульфон	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	302,1	71	98,0	41	208,1	27	0,58	с.о.
Клетодим- имин- сульфоксид	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	286,1	26	208,1	21	166,0	31	0,57	с.о.
Клетодим- сульфон	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	392,1	1	164,2	33	208,1	27	0,67	с.о.
5-Гидрокси- клетодим- сульфон	с.о.	ESI -	[M-H] ⁻	406,1	-61	92,8	-30	64,1	-80	0,18	с.о.
5-Гидрокси- клетодим- сульфон	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	408,1	16	204,0	27	176,1	35	0,55	с.о.
Клетодим- сульфоксид	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	376,1	1	206,0	19	164,1	29	0,67	с.о.

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
Клодинафоп-пропаргил	105512-06-9	ESI +	[M+H] ⁺	350,0	41	266,1	21	91,2	41	0,98	****
Клофентизин	74115-24-5	ESI +	[M+H] ⁺	303,1	56	102,1	47	138,1	21	1,02	***
Кломазон	81777-89-1	ESI +	[M+H] ⁺	240,1	26	125,0	27	89,1	65	0,88	****
Клопиралид	1702-17-6	ESI +	[M+H] ⁺	191,9	36	146,0	29	110,1	47	0,10	**
Клоквинтоцет-мексил	99607-70-2	ESI +	[M+H] ⁺	336,1	16	192,2	37	238,1	21	1,11	****
Клотианидин	210880-92-5	ESI +	[M+H] ⁺	250,0	76	169,1	19	132,1	19	0,51	***
Коумафос	56-72-4	ESI +	[M+H] ⁺	363,0	66	227,0	35	307,0	23	1,01	****
Кротоксифос	7700-17-6	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	332,1	1	127,1	33	211,0	15	0,92	****
Цианазин	21725-46-2	ESI +	[M+H] ⁺	241,1	41	214,1	23	104,1	41	0,73	***
Цианофенфос	13067-93-1	ESI +	[M+H] ⁺	304,0	46	276,0	17	157,1	27	1,00	**
Цианофос	2636-26-2	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	261,0	6	125,0	27	212,0	27	0,84	*
Циазофамид	120116-88-3	ESI +	[M+H] ⁺	325,0	36	108,0	19	261,0	15	0,97	****
Цикланилид	113136--77-9	ESI -	[M-H] ⁻	272,0	-56	159,9	-28	228,0	-14	0,82	****
Циклоат	1134-23-2	ESI +	[M+H] ⁺	216,1	21	154,3	17	134,2	19	1,05	**
Циклоксидим	101205-02-1	ESI +	[M+H] ⁺	326,2	51	280,0	17	180,0	25	0,93	**
Циклоксидим	101205-02-1	ESI -	[M-H] ⁻	342,2	-61	235,9	-68	133,8	-68	0,84	с.о.
Цифлутрин	68359-37-5	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	451,1	26	191,0	21	127,0	41	1,16	**
Цигалофоп-бутил	122008-85-9	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	375,1	31	256,1	21	120,0	41	1,05	*
Цигексатин	13121-70-5	ESI +	[M-OH] ⁺	369,2	76	204,8	23	287,0	17	с.о.	с.о.
Цимоксанил	57966-95-7	ESI +	[M+H] ⁺	199,1	46	128,0	13	110,9	25	0,61	****
Циперметрин	52315-07-8	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	433,1	1	191,0	21	127,0	39	1,16	**
Цифенотрин [(1R)- трансизомеры]	39515-40-7	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	393,2	31	151,2	21	123,1	33	1,21	**
Ципроконазол	113096-99-4	ESI +	[M+H] ⁺	292,1	16	70,2	35	125,1	35	0,93	***
Ципродинил	121552-61-2	ESI +	[M+H] ⁺	226,1	61	76,9	63	92,9	45	1,01	***
Циромазин	66215-27-8	ESI +	[M+H] ⁺	167,1	46	125,0	25	108,1	29	0,15	***
Даминозид	1596-84-5	ESI +	[M+H] ⁺	161,1	46	142,9	15	61,0	19	0,06	**
Дельтаметрин	52918-63-5	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	522,9	16	280,7	23	181,3	51	1,20	***
Деметон-S-метил	919-86-8	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	248,0	6	89,1	17	61,0	47	0,77	****
Деметон-S-метилсульфон	17040-19-6	ESI +	[M+H] ⁺	263,0	71	108,9	37	169,0	21	0,30	****
Десмедифам	13684-56-5	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	318,1	31	182,2	19	136,0	33	0,87	****
Диалифос	10311-84-9	ESI +	[M+H] ⁺	394,0	36	208,1	23	186,9	17	1,04	с.о.
Ди-аллат	2303-16-4	ESI -	[M+H] ⁺	270,0	41	86,1	23	108,8	37	1,05	****
Диазинон	333-41-5	ESI +	[M+H] ⁺	305,1	21	169,1	29	96,6	41	1,01	****
Дикамба	1918-00-9	ESI -	[M-H] ⁻	219,0	-21	175,0	-6	144,8	-14	0,27	*
Дихлофентион	97-17-6	ESI +	[M+H] ⁺	314,9	26	258,9	21	286,9	15	1,00	**
Дихлофлуанид	1085-98-9	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	350,0	21	123,0	41	223,9	21	0,93	***
Дихлорпроп-Р	15165-67-0	ESI -	[M-H] ⁻	233,0	-21	161,0	-14	125,1	-36	0,78	***
Дихлорвос	62-73-7	ESI +	[M+H] ⁺	220,9	26	127,1	27	108,9	25	0,74	***
Диклобутразол	75736-33-3	ESI +	[M+H] ⁺	328,1	21	70,1	39	159,0	45	0,99	****
Диклофоп-метил	51338-27-3	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	358,0	26	281,0	21	120,0	39	1,09	****
Диклоран	99-30-9	ESI -	[M-H] ⁻	205,0	-66	175,0	-20	168,9	-24	0,88	*

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (B)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)		
Дикротофос	3735-78-3	ESI +	[M+H] ⁺	238,1	16	127,1	23	112,1	17	0,45	****
Диетофенкарб	87130-20-9	ESI +	[M+H] ⁺	268,1	31	226,1	15	180,1	23	0,90	****
Дифенокназол	119446-68-3	ESI +	[M+H] ⁺	406,1	41	250,9	37	337,0	23	1,04	****
Дифеноксурон	14214-32-5	ESI +	[M+H] ⁺	287,1	36	123,1	25	72,1	39	0,87	с.о.
Дифлу- бензулон	35367-38-5	ESI -	[M-H] ⁻	309,0	-36	155,9	-12	288,9	-8	1,00	***
Дифлуфеникан	83164-33-4	ESI +	[M+H] ⁺	395,1	56	265,8	33	246,1	45	1,04	***
Димефулон	34205-21-5	ESI +	[M+H] ⁺	339,1	61	167,0	29	256,0	21	0,88	***
Диметаклор	50563-36-5	ESI +	[M+H] ⁺	256,1	26	224,2	19	148,1	33	0,86	****
Диметенамид	87674-68-8	ESI +	[M+H] ⁺	276,1	11	244,1	19	168,1	33	0,90	****
Диметоат	60-51-5	ESI +	[M+H] ⁺	230,0	11	125,0	29	198,8	13	0,55	****
Диметоморф	110488-70-5	ESI +	[M+H] ⁺	388,1	46	301,1	27	165,0	43	0,92	****
Диметилан	644-64-4	ESI +	[M+H] ⁺	241,1	66	72,1	25	196,0	15	0,59	с.о.
Диниконазол	83657-24-3	ESI +	[M+H] ⁺	326,0	56	70,0	45	159,0	39	1,04	***
Диносеб	88-85-7	ESI -	[M-H] ⁻	239,1	-36	134,0	-52	193,0	-30	0,84	***
Динотерб	1420-07-1	ESI -	[M-H] ⁻	239,1	-21	207,0	-32	176,0	-48	0,86	****
Дилксатион	78-34-2	ESI +	[M+NH4] ⁺	474,0	31	271,0	19	97,1	61	1,09	****
Дифениламин	122-39-4	ESI +	[M+H] ⁺	170,1	21	93,1	37	151,9	37	0,93	**
Дисульфотон	298-04-4	ESI +	[M+H] ⁺	275,0	6	89,2	17	61,1	43	1,04	***
Дитианон	3347-22-6	ESI -	[M-H] ⁻	296,0	-49	264,0	-24	238,0	-24	0,95	с.о.
Диурон	330-54-1	ESI +	[M+H] ⁺	233,0	66	72,0	31	159,9	33	0,86	****
DNOC	534-52-1	ESI -	[M-H] ⁻	197,0	-26	137,0	-24	108,8	-28	0,56	***
Додеморф	1593-77-7	ESI +	[M+H] ⁺	282,3	51	116,1	29	98,2	39	1,21	****
Эдифенфос	17109-49-8	ESI +	[M+NH4] ⁺	328,0	1	109,0	45	283,0	23	1,00	***
Эндосульфам- сульфат	1031-07-8	ESI -	[M-H] ⁻	420,8	-66	96,8	-38	79,9	-130	1,02	***
EPN	2104-64-5	ESI +	[M+H] ⁺	324,0	46	156,9	29	296,1	19	1,04	**
Эпоксиконазол	106325-08-0	ESI +	[M+H] ⁺	330,1	36	121,0	27	101,2	63	0,97	****
EPТС	759-94-4	ESI +	[M+H] ⁺	190,1	61	128,1	15	86,1	19	0,98	***
Эсфенвалерат	66230-04-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	437,1	41	167,2	23	125,0	51	1,19	*
Этаметсуль- фулон-метил	97780-06-8	ESI +	[M+H] ⁺	411,1	31	196,1	23	168,1	39	0,68	****
Этидимурон	30043-49-3	ESI +	[M+H] ⁺	265,0	81	208,2	19	114,1	25	0,53	с.о.
Этиофекарб	29973-13-5	ESI +	[M+H] ⁺	226,1	16	107,2	21	164,0	13	0,80	***
Этиофекарб- сульфон	53380-23-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	275,3	11	106,9	25	201,0	15	0,45	****
Этиофекарб сульфоксид	53380-22-6	ESI +	[M+H] ⁺	242,1	41	107,1	23	185,0	13	0,47	****
Этион	563-12-2	ESI +	[M+H] ⁺	385,0	16	199,1	17	171,0	23	1,11	****
Этиримол	23947-60-6	ESI +	[M+H] ⁺	210,2	41	98,1	37	140,0	31	0,85	****
Этофумесат	26225-79-6	ESI +	[M+NH4] ⁺	304,1	36	121,1	27	161,2	31	0,90	***
Этопрофос	13194-48-4	ESI +	[M+H] ⁺	243,0	21	131,0	29	97,0	41	0,96	****
Этоксиквин	91-53-2	ESI +	[M+H] ⁺	218,2	81	160,2	43	174,2	37	0,96	**
Этилентиомо- чевина (ETU)	96-45-7	ESI +	[M+H] ⁺	103,0	31	60,0	47	44,2	27	0,08	**
Этофенпрокс	80844-07-1	ESI +	[M+NH4] ⁺	394,2	16	177,3	21	107,1	53	1,34	****
Этоксазол	153233-91-1	ESI +	[M+H] ⁺	360,2	66	141,0	37	113,0	79	1,15	****
Этримфос	38260-54-7	ESI +	[M+H] ⁺	293,1	26	125,0	33	265,1	21	1,00	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молекулярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относительное время удерживания ⁴⁾	Чувствительность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энергия коллизии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энергия коллизии (В)		
Фамоксадон	131807-57-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	392,2	16	238,0	23	330,9	15	1,01	****
Фенамидон	161326-34-7	ESI +	[M+H] ⁺	312,1	41	92,2	33	236,1	19	0,90	****
Фенамифос	22224-92-6	ESI +	[M+H] ⁺	304,1	41	217,1	31	202,0	45	0,98	****
Фенаримол	60168-88-9	ESI +	[M+H] ⁺	331,0	46	81,0	47	268,0	31	0,96	***
Феназакин	120928-09-8	ESI +	[M+H] ⁺	307,2	51	161,2	31	146,9	25	1,28	***
Фенбуконазол	114369-43-6	ESI +	[M+H] ⁺	337,1	41	125,1	37	70,0	33	0,97	****
Фенбутатин- оксид	13356-08-6	ESI +	[M-O/2] ⁺	519,2	101	91,1	65	196,9	67	с.о.	с.о.
Фенфурам	24691-80-3	ESI +	[M+H] ⁺	202,1	41	109,0	27	120,1	21	0,80	****
Фенгексамид	126833-17-8	ESI +	[M+H] ⁺	302,1	91	97,2	33	55,1	57	0,95	***
Фенитротион	122-14-5	ESI +	[M+H] ⁺	278,1	41	125,0	29	108,9	25	0,93	*
Фенотиокарб	62850-32-2	ESI +	[M+H] ⁺	254,1	61	72,1	29	160,1	15	0,99	***
Феноксапроп- Р-этил	71283-80-2	ESI +	[M+H] ⁺	362,1	46	288,1	23	121,0	37	1,08	****
Феноксикарб	79127-80-3	ESI +	[M+H] ⁺	302,1	66	88,0	29	116,0	17	0,98	****
Фенпиклонил	74738-17-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	253,9	1	202,1	35	140,0	57	0,89	***
Фенпропатрин	39515-41-8	ESI +	[M+H] ⁺	350,2	41	125,1	19	97,2	43	1,17	****
Фенпропидин	67306-00-7	ESI +	[M+H] ⁺	274,2	51	147,1	37	117,1	65	0,91	****
Фенпропиморф	67306-03-0	ESI +	[M+H] ⁺	304,3	46	147,1	39	116,9	71	1,27	****
Фенпироксимат	111812-58-9	ESI +	[M+H] ⁺	422,2	26	366,3	23	135,2	41	1,21	****
Фентион	55-38-9	ESI +	[M+H] ⁺	279,1	21	169,1	23	247,1	17	1,00	****
Фентин	668-34-8	ESI +	[M] ⁺	351,0	101	196,9	39	119,8	41	1,00	с.о.
Фенурон	101-42-8	ESI +	[M+H] ⁺	165,0	21	72,1	27	120,0	23	0,50	с.о.
Фенвалерат	51630-58-1	ESI +	[M+NH4] ⁺	437,1	36	167,0	23	125,0	57	1,19	*
Фипронил	120068-37-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	453,9	21	368,1	29	255,1	51	0,96	***
Фипронил	120068-37-3	ESI -	[M-H] ⁻	434,9	-31	329,7	-18	249,9	-36	0,98	с.о.
Фипронил- десульфенил	205650-65-3	ESI -	[M-H] ⁻	387,0	-31	350,8	-18	281,8	-38	0,96	с.о.
Фипронил- сульфид	120067-83-6	ESI -	[M-H] ⁻	418,9	-56	261,9	-34	382,8	-16	0,98	с.о.
Фипронил- сульфон	120068-36-2	ESI -	[M-H] ⁻	450,9	-11	281,9	-34	414,7	-20	1,00	с.о.
Флампроп-М- изопропил	63782-90-1	ESI +	[M+H] ⁺	364,1	31	77,1	71	105,2	23	0,99	****
Фенитротион	122-14-5	ESI +	[M+H] ⁺	278,1	41	125,0	29	108,9	25	0,93	*
Флампроп-М- метил	63729-98-6	ESI +	[M+H] ⁺	336,0	36	105,1	21	77,1	67	0,93	****
Флазасульфурон	104040-78-0	ESI +	[M+H] ⁺	408,1	41	182,1	25	226,9	25	0,66	****
Флорасулам	145701-23-1	ESI +	[M+H] ⁺	360,0	71	129,1	29	191,9	23	0,55	***
Флуазифоп (свободная кислота)	83066-88-0	ESI +	[M+H] ⁺	328,1	31	282,0	23	254,1	35	0,80	с.о.
Флуазифоп-Р- бутил	69806-50-4	ESI +	[M+H] ⁺	384,1	51	282,1	27	328,1	23	1,08	****
Флуазифоп-Р	83066-88-0	ESI -	[M-H] ⁻	326,1	-31	253,8	-18	108,1	-50	0,81	***
Флуазинам	79622-59-6	ESI -	[M-H] ⁻	462,9	-11	415,8	-24	397,9	-20	1,08	****
Флукитринат	70124-77-5	ESI +	[M+NH4] ⁺	469,2	36	181,0	45	199,1	25	1,12	**
Флудиоксонил	131341-86-1	ESI -	[M-H] ⁻	247,0	-56	125,9	-42	169,0	-42	0,93	***

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (B)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)		
Флуфенацет	142459-58-3	ESI +	[M+H] ⁺	364,1	11	194,2	17	152,1	27	0,95	****
Флуфенок- сурон	101463-69-8	ESI +	[M+H] ⁺	489,0	86	158,1	27	141,0	57	1,16	****
Флумеоксазин	103361-09-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	372,1	26	327,1	27	76,9	95	0,88	**
Флуометурон	2164-17-2	ESI +	[M+H] ⁺	233,1	36	72,0	37	160,2	37	0,82	****
Флуороглико- фен-этил	77501-90-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	465,0	16	344,0	21	223,0	43	1,05	***
Флупирсуль- форон-метил- натрий	144740-54-5	ESI +	[M+H] ⁺	466,1	61	139,1	63	182,2	29	0,70	****
Флуквинкона- зол	136426-54-5	ESI +	[M+H] ⁺	376,0	56	307,1	33	349,0	25	0,95	***
Флуренол	467-69-6	ESI +	[M+NH4] ⁺	244,1	6	181,2	29	209,2	15	0,27	*
Флуридон	59756-60-4	ESI +	[M+H] ⁺	330,1	76	310,2	37	259,1	59	0,89	****
Флурохлори- дон	61213-25-0	ESI +	[M+H] ⁺	312,0	61	291,9	29	145,0	63	0,92	**
Флуроксипир	69377-81-7	ESI +	[M+H] ⁺	255,0	71	209,1	21	181,1	31	0,40	*
Флуроксипир- метил	81406-37-3	ESI +	[M+H] ⁺	367,1	31	255,0	17	209,0	29	1,15	****
Флуртамон	96525-23-4	ESI +	[M+H] ⁺	334,1	51	247,1	35	178,1	57	0,90	с.о.
Флусилазол	85509-19-9	ESI +	[M+H] ⁺	316,1	36	247,1	25	165,0	35	0,98	****
Флутоланил	66332-96-5	ESI +	[M+H] ⁺	324,1	86	262,1	25	242,1	35	0,92	****
Флутриафол	76674-21-0	ESI +	[M+H] ⁺	302,1	41	122,9	39	109,0	43	0,84	***
Фоллет	133-07-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	314,9	1	130,1	39	163,0	19	0,79	*
Фомесафен	72178-02-0	ESI +	[M+NH4] ⁺	456,0	51	344,1	21	222,9	45	0,88	с.о.
Фонофос	944-22-9	ESI +	[M+H] ⁺	247,0	11	109,1	25	137,0	15	1,01	***
Форамсульфу- рон	173159-57-4	ESI +	[M+H] ⁺	453,1	51	182,2	27	139,2	63	0,64	***
Форметанат	22259-30-9	ESI +	[M+H] ⁺	222,1	21	165,1	19	120,1	35	0,73	**
Фостиазат	98886-44-3	ESI +	[M+H] ⁺	284,0	61	104,1	27	227,8	15	0,81	****
Фуберидазол	3878-19-1	ESI +	[M+H] ⁺	185,1	26	157,1	31	65,1	59	0,76	****
Фуратиокарб	65907-30-4	ESI +	[M+H] ⁺	383,2	51	195,0	23	251,9	19	1,09	****
Глуфозинат	77182-82-2	ESI +	[M+H] ⁺	182,1	31	136,1	19	119,0	25	0,06	с.о.
Гальфенпрокс	111872-58-3	ESI +	[M+NH4] ⁺	494,1	46	183,1	27	168,0	75	1,41	**
Галофенозид	112226-61-6	ESI +	[M+NH4] ⁺	348,1	1	105,0	27	275,2	17	0,91	**
Галосульфу- рон-метил	100784-20-1	ESI +	[M+H] ⁺	435,0	56	182,1	27	83,1	73	0,70	***
Галоксифол- атотил	87237-48-7	ESI +	[M+H] ⁺	434,1	81	315,9	25	287,9	35	1,07	****
Галоксифол -P	95977-29-0	ESI +	[M+NH4] ⁺	379,0	36	316,0	29	91,1	47	0,90	**
Галоксифол -P	95977-29-0	ESI -	[M-H] ⁻	360,0	-81	287,9	-14	с.о.		0,91	с.о.
Галоксифол -P- метил	72619-32-0	ESI +	[M+H] ⁺	376,1	91	315,9	23	287,8	33	1,04	****
Гептенофос	23560-59-0	ESI +	[M+H] ⁺	251,0	36	127,0	19	109,0	37	0,86	****
Гексаконазол	79983-71-4	ESI +	[M+H] ⁺	314,1	36	70,1	39	159,0	37	1,02	****
Гексафлуму- рон	86479-06-3	ESI -	[M-H] ⁻	459,0	-6	438,8	-14	275,9	-22	1,07	***
Гексазинон	51235-04-2	ESI +	[M+H] ⁺	253,2	16	171,1	21	71,1	47	0,76	****
Гекситеазокс	78587-05-0	ESI +	[M+H] ⁺	353,1	66	227,9	21	168,1	33	1,13	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
Имазалил	35554-44-0	ESI +	[M+H] ⁺	297,0	26	158,9	31	200,9	23	1,00	****
Имазалир	81334-34-1	ESI +	[M+H] ⁺	262,1	56	217,1	27	149,1	35	0,11	с.о.
Имазакин	81335-37-7	ESI +	[M+H] ⁺	312,1	46	199,1	37	128,1	69	0,52	с.о.
Имазетапир	81335-77-5	ESI +	[M+H] ⁺	290,1	51	177,2	37	245,3	27	0,31	с.о.
Имибенкона- зол	86598-92-7	ESI +	[M+H] ⁺	411,0	71	125,1	39	171,1	27	1,11	***
Имидаклоприд	138261-41-3	ESI +	[M+H] ⁺	256,1	46	175,0	25	208,9	21	0,51	***
5-Гидроксид- имидаклоприд	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	272,0	56	191,1	23	224,8	23	0,43	**
Олефин- имидаклоприд	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	254,0	56	204,9	21	125,8	39	0,38	**
Индоксакарб	173584-44-6	ESI +	[M+H] ⁺	528,1	76	203,0	51	56,0	55	1,04	***
Иодосульфур- он-метил- натрий	185119-76-0	ESI +	[M+H] ⁺	507,9	36	167,2	27	141,0	35	0,72	***
Иоксинил	1689-83-4	ESI -	[M-H] ⁻	369,8	-46	126,8	-36	242,8	-26	0,72	****
Ипробенфос	26087-47-8	ESI +	[M+NH4] ⁺	306,1	1	91,1	35	205,1	19	0,99	****
Ипродион	36734-19-7	ESI +	[M+H] ⁺	330,0	56	101,0	33	143,2	21	1,05	с.о.
Ипродион	36734-19-7	ESI -	[M-H] ⁻	328,0	-1	141,1	-14	с.о.	с.о.	1,07	***
Ипроваликарб	140923-17-7	ESI +	[M+H] ⁺	321,2	46	119,0	23	202,9	13	0,95	****
Исазофос	42509-80-8	ESI +	[M+H] ⁺	314,0	41	120,0	35	162,2	21	0,94	с.о.
Изофенфос	25311-71-1	ESI +	[M+H] ⁺	346,1	56	217,0	33	245,0	17	1,02	****
Изофенфос- оксон	31120-85-1	ESI +	[M+H] ⁺	330,1	1	229,1	17	201,0	29	0,95	****
Изопрокарб	2631-40-5	ESI +	[M+NH4] ⁺	211,3	31	95,0	25	137,2	17	0,83	***
Изопропиолан	50512-35-1	ESI +	[M+H] ⁺	291,1	11	231,1	17	189,0	27	0,93	***
Изопротурон	34123-59-6	ESI +	[M+H] ⁺	207,1	46	165,2	19	72,0	33	0,85	***
Изоксадифен- этил	163520-33-0	ESI +	[M+NH4] ⁺	313,2	11	232,1	27	204,2	39	0,99	***
Изоксафлутол	141112-29-0	ESI +	[M+NH4] ⁺	377,0	26	251,0	25	с.о.	с.о.	0,85	***
Изоксатион	18854-01-8	ESI +	[M+H] ⁺	314,1	46	105,0	21	170,0	19	1,02	****
Крезоксим- метил	143390-89-0	ESI +	[M+H] ⁺	314,1	16	115,9	21	206,1	13	0,99	***
λ-Цигалотрин	91465-08-6	ESI +	[M+NH4] ⁺	467,1	16	225,0	23	141,2	57	1,15	**
Ленацил	2164-08-1	ESI +	[M+H] ⁺	235,1	56	153,1	21	136,1	43	0,84	****
Линурон	330-55-2	ESI +	[M+H] ⁺	249,0	66	159,9	23	181,9	21	0,91	****
Луфенурон	103055-07-8	ESI +	[M+H] ⁺	510,9	61	158,2	27	141,2	67	1,10	***
Малаоксон	1634-78-2	ESI +	[M+H] ⁺	315,0	31	127,1	17	99,2	31	0,77	****
Малатион	121-75-5	ESI +	[M+H] ⁺	331,0	26	127,0	17	99,0	29	0,93	****
Гидразид ма- леиновой кис- лоты	123-33-1	ESI -	[M-H] ⁻	111,0	-76	81,9	-20	55,0	-20	с.о.	с.о.
Гидразид ма- леиновой кис- лоты	123-33-1	ESI +	[M+H] ⁺	113,0	76	85,2	23	66,9	27	0,06	с.о.
МСРА	94-74-6	ESI -	[M-H] ⁻	199,0	-46	140,8	-18	с.о.	с.о.	0,70	***
2-Этилгексил- МСРА	29450-45-1	ESI +	[M+NH4] ⁺	330,2	11	155,0	23	201,0	15	1,31	**
Батотил-МСРА	19480-43-4	ESI +	[M+NH4] ⁺	318,1	6	227,0	17	101,2	19	1,07	***

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
МСПВ	94-81-5	ESI -	[M-H]-	227,0	-26	140,9	-10	104,8	-36	0,86	***
Мекарбам	2595-54-2	ESI +	[M+H]+	330,0	26	227,0	15	97,1	45	0,96	***
Мехопроп-Р	16484-77-8	ESI -	[M-H]-	213,0	-51	140,7	-14	с.о.	с.о.	0,77	***
Мефенпир- диэтил	135590-91-9	ESI +	[M+NH4]+	390,1	1	327,1	23	160,1	49	1,02	****
Меланипирим	110235-47-7	ESI +	[M+H]+	224,1	31	77,0	49	106,0	35	0,96	****
Меликват	24307-26-4	ESI +	[M]+	114,1	6	58,1	37	70,1	45	0,63	с.о.
Мелрони́л	55814-41-0	ESI +	[M+H]+	270,1	76	119,0	31	91,2	55	0,93	****
Мезосульфурон-метил	208465-21-8	ESI +	[M+H]+	504,1	61	182,1	33	83,0	75	0,71	****
Мезотрион	104206-82-8	ESI +	[M+NH4]+	357,1	21	227,8	29	104,1	49	0,17	***
Металаксил-М	70630-17-0	ESI +	[M+H]+	280,1	46	220,0	19	159,9	31	0,85	****
Метамитрон	41394-05-2	ESI +	[M+H]+	203,1	46	175,0	29	104,1	29	0,54	***
Метазаклор	67129-08-2	ESI +	[M+H]+	278,1	1	210,1	15	134,2	29	0,84	****
Метконазол	125116-23-6	ESI +	[M+H]+	320,1	31	70,1	45	125,0	49	1,02	****
Метгабензтиа- зурон	18691-97-9	ESI +	[M+H]+	222,1	11	165,1	23	150,0	43	0,84	****
Метакрифос	30864-28-9	ESI +	[M+H]+	241,0	31	209,1	13	125,1	25	0,86	**
Метамидофос	10265-92-6	ESI +	[M+H]+	142,0	26	124,9	19	93,9	19	0,09	****
Меитфуросам	28730-17-8	ESI +	[M+H]+	230,0	26	137,1	27	111,1	21	0,88	с.о.
Метидатион	950-37-8	ESI +	[M+H]+	302,9	16	145,1	15	85,1	27	0,88	****
Метиокарб	2032-65-7	ESI +	[M+H]+	226,1	61	121,0	25	169,0	17	0,91	****
Метиокарб- сульфон	2179-25-1	ESI +	[M+NH4]+	275,1	16	122,0	29	201,1	17	1,21	**
Метомил	16752-77-5	ESI +	[M+H]+	163,0	46	106,0	13	88,0	13	0,27	***
Метоимл- оксим	13749-94-5	ESI +	[M+H]+	106,0	41	57,9	19	73,9	13	0,17	с.о.
Метоксифено- зид	161050-58-4	ESI +	[M+H]+	369,2	36	149,1	23	133,0	31	0,94	****
Метоксифено- зид	161050-58-4	ESI -	[M-H]-	367,2	-66	148,8	-24	с.о.	с.о.	0,94	с.о.
Метобромурон	3060-89-7	ESI +	[M+H]+	259,0	56	170,0	25	147,9	21	0,83	****
Метолкарб	1129-41-5	ESI +	[M+H]+	166,1	61	109,0	17	94,1	43	0,72	***
Метосулам	139528-85-1	ESI +	[M+H]+	418,0	26	175,1	27	140,1	69	0,76	****
Метоксурон	19937-59-8	ESI +	[M+H]+	229,0	26	156,1	31	72,1	35	0,69	****
Метрафенон	220899-03-6	ESI +	[M+H]+	409,1	41	209,1	21	226,9	25	1,04	****
Метрибузин	21087-64-9	ESI +	[M+H]+	215,1	31	187,2	25	84,0	29	0,74	***
Метсульфурон- метил	74223-64-6	ESI +	[M+H]+	382,1	31	198,9	27	167,0	21	0,52	****
Мевинфос	7786-34-7	ESI +	[M+H]+	225,0	31	193,1	13	127,0	21	0,65	****
Молинат	2212-67-1	ESI +	[M+H]+	188,1	21	83,2	25	126,1	19	0,94	***
Монокротофос	6923-22-4	ESI +	[M+H]+	224,1	46	127,0	21	98,0	17	0,39	***
Монолинурон	1746-81-2	ESI +	[M+H]+	215,1	61	125,9	25	148,0	19	0,80	****
Мону́рон	150-68-5	ESI +	[M+H]+	199,1	31	72,0	29	126,0	35	0,74	****
Миклобутани́л	88671-89-0	ESI +	[M+H]+	289,1	36	70,1	33	125,1	41	0,94	***
Налед	300-76-5	ESI +	[M+NH4]+	397,7	1	127,1	25	108,9	53	0,86	***
Напропамид	15299-99-7	ESI +	[M+H]+	272,1	31	129,3	21	171,1	23	0,96	****
Небу́рон	555-37-3	ESI +	[M+H]+	275,1	41	88,1	23	114,1	21	0,99	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
Никосульфурон	111991-09-4	ESI +	[M+H] ⁺	411,1	61	182,1	25	213,0	23	0,44	***
Никотин	54-11-5	ESI +	[M+H] ⁺	163,1	16	132,0	21	84,1	25	0,33	**
Нитенпирам	120738-89-8	ESI +	[M+H] ⁺	271,1	51	126,1	39	237,2	25	0,17	***
Нитротал- изопропил	10552-74-6	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	313,1	11	211,8	29	253,9	17	1,07	с.о.
Норфлуразон	27314-13-2	ESI +	[M+H] ⁺	304,0	81	284,1	31	160,1	41	0,86	****
Норфлуразон - десметил	23576-24-1	ESI +	[M+H] ⁺	290,0	96	270,0	29	160,1	41	0,82	****
Нуаримол	63284-71-9	ESI +	[M+H] ⁺	315,0	41	81,1	43	252,1	31	0,91	***
Офурас	58810-48-3	ESI +	[M+H] ⁺	282,1	41	254,0	17	160,1	29	0,76	****
Ометоат	1113-02-6	ESI +	[M+H] ⁺	214,1	51	109,0	35	125,0	29	0,13	****
Оксадиазон	19666-30-9	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	362,1	41	220,0	31	177,1	45	1,09	****
Оксадиксил	77732-09-3	ESI +	[M+H] ⁺	279,1	46	219,2	17	133,3	29	0,71	***
Оксамил	23135-22-0	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	237,1	1	72,0	21	90,0	13	0,19	****
Оксамил-оксим	30558-43-1	ESI +	[M+H] ⁺	163,0	46	71,9	19	89,9	23	0,13	с.о.
Оксасульфурон	144651-06-9	ESI +	[M+H] ⁺	407,1	56	150,1	25	107,1	63	0,58	****
Оксикарбоксин	5259-88-1	ESI +	[M+H] ⁺	268,0	36	175,1	19	147,1	29	0,61	****
Оксидеметон- метил	301-12-2	ESI +	[M+H] ⁺	247,0	21	169,0	19	109,0	35	0,24	****
Оксифлуорфен	42874-03-3	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	379,0	21	316,0	23	237,1	39	1,08	*
Паклобутразол	76738-62-0	ESI +	[M+H] ⁺	294,1	36	70,1	39	125,2	49	0,92	****
Параоксон	311-45-5	ESI +	[M+H] ⁺	276,1	76	220,0	19	94,2	45	0,83	****
Параоксон- метил	950-35-6	ESI +	[M+H] ⁺	248,0	51	109,1	35	202,1	25	0,71	***
Паратион	56-38-2	ESI +	[M+H] ⁺	292,0	51	236,1	21	97,0	39	0,97	**
Паратион- метил	298-00-0	ESI +	[M+H] ⁺	264,0	56	125,0	25	232,1	23	0,89	*
Пенконазол	66246-88-6	ESI +	[M+H] ⁺	284,1	41	158,9	39	70,1	29	1,00	***
Пенцикурон	66063-05-6	ESI +	[M+H] ⁺	329,1	41	125,1	33	99,1	83	1,03	****
Пендиметаин	40487-42-1	ESI +	[M+H] ⁺	282,1	6	212,2	15	194,0	23	1,14	***
Перметрин	52645-53-1	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	408,1	31	183,1	25	153,1	63	1,28	***
Фенмедифам	13684-63-4	ESI +	[M+H] ⁺	301,1	56	136,1	25	168,0	15	0,88	****
Фентоат	2597-03-7	ESI +	[M+H] ⁺	321,0	36	163,1	17	79,1	51	0,99	***
Форат	298-02-2	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	278,1	1	74,9	23	170,8	21	1,01	**
Форат-сульфон	2588-04-7	ESI +	[M+H] ⁺	293,0	36	97,0	41	171,1	17	0,82	****
Форат- сульфоксид	2588-03-6	ESI +	[M+H] ⁺	277,0	51	199,1	15	143,0	25	0,82	****
Фозалон	2310-17-0	ESI +	[M+H] ⁺	367,9	51	182,0	21	110,9	51	1,02	****
Фосмет	732-11-6	ESI +	[M+H] ⁺	317,9	31	133,1	49	160,1	19	0,89	***
Фосфамидон	13171-21-6	ESI +	[M+H] ⁺	300,0	36	127,1	27	174,1	19	0,71	****
Фоксим	14816-18-3	ESI +	[M+H] ⁺	299,0	26	129,1	17	77,1	41	1,01	****
Пиклорам	1918-02-1	ESI -	[M-H] ⁻	240,9	-66	196,9	-14	122,6	-30	0,10	с.о.
Пиколинафен	137641-05-5	ESI +	[M+H] ⁺	377,1	56	145,0	69	238,1	35	1,10	****
Пикаксистро- бин	117428-22-5	ESI +	[M+H] ⁺	368,1	36	145,0	27	205,2	15	0,98	****
Пиперонилбу- токсид	51-03-6	ESI +	[M+NH ₄] ⁺	356,2	11	177,1	19	119,1	47	1,10	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (B)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)		
Пиримикарб	23103-98-2	ESI +	[M+H] ⁺	239,1	16	72,1	31	181,9	21	0,82	****
Десметил- Пиримикарб	30614-22-3	ESI +	[M+H] ⁺	225,1	16	72,0	27	168,1	19	0,69	****
Десметил- формамидо- Пиримикарб	59333-83-4	ESI +	[M+H] ⁺	253,1	11	72,0	25	225,1	15	0,76	****
Пириминос- этил	23505-41-1	ESI +	[M+H] ⁺	334,1	16	198,1	29	182,2	27	1,10	****
Пириминос- метил	29232-93-7	ESI +	[M+H] ⁺	306,1	26	164,1	29	108,1	39	1,02	****
Примисульфур- он-метил	86209-51-0	ESI +	[M+H] ⁺	469,0	71	253,8	25	199,0	25	0,82	***
Прохлораз	67747-09-5	ESI +	[M+H] ⁺	376,0	16	308,0	17	265,9	23	1,02	****
Процимидон	32809-16-8	ESI +	[M+NH4] ⁺	301,0	6	256,0	29	с.о.	с.о.	0,74	*
Профенофос	41198-08-7	ESI +	[M+H] ⁺	372,9	56	302,9	25	97,0	43	1,07	****
Прогексадион	88805-35-0	ESI -	[M-H] ⁻	211,1	-21	123,1	-16	166,9	-16	0,10	с.о.
Промекарб	2631-37-0	ESI +	[M+H] ⁺	208,1	11	108,9	21	150,9	13	0,92	****
Прометон	1610-18-0	ESI +	[M+H] ⁺	226,1	21	142,0	29	184,3	23	0,89	****
Прометрин	7287-19-6	ESI +	[M+H] ⁺	242,1	31	158,1	31	200,2	25	0,95	****
Пропахлор	1918-16-7	ESI +	[M+H] ⁺	212,1	36	170,0	21	94,1	37	0,84	****
Пропамокарб- Гидрохлорид	24579-73-5	ESI +	[M+H] ⁺	189,2	16	102,0	23	144,0	17	0,19	***
Пропаквица- фол	111479-05-1	ESI +	[M+H] ⁺	444,1	76	299,1	31	100,0	27	1,09	****
Пропаргит	2312-35-8	ESI +	[M+NH4] ⁺	368,1	1	175,1	21	231,2	17	1,15	****
2-Гидрокси- пропазин	not available	ESI +	[M+H] ⁺	212,1	46	128,1	31	170,2	26	0,76	****
Пропазин	139-40-2	ESI +	[M+H] ⁺	230,1	31	146,0	29	188,0	23	0,89	****
Пропетамфос	31218-83-4	ESI +	[M+H] ⁺	282,1	31	156,2	17	138,0	21	0,93	****
Профам	122-42-9	ESI +	[M+H] ⁺	180,1	16	138,1	13	120,1	25	0,83	***
Проконазол	60207-90-1	ESI +	[M+H] ⁺	342,1	46	69,1	33	159,0	37	1,01	***
Пропоксур	114-26-1	ESI +	[M+H] ⁺	210,1	11	111,0	19	168,0	11	0,74	****
Пропоксикар- базон-натрий	181274-15-7	ESI +	[M+NH4] ⁺	416,1	11	116,0	41	199,1	23	0,61	***
Пролизамид	23950-58-5	ESI +	[M+H] ⁺	256,0	36	173,1	31	190,0	19	0,93	****
Просульфок- карб	52888-80-9	ESI +	[M+H] ⁺	252,1	36	91,2	29	128,2	17	1,06	****
Просульфурон	94125-34-5	ESI +	[M+H] ⁺	420,1	56	141,1	27	167,0	25	0,79	***
Протиокназол	178928-70-6	ESI +	[M+H] ⁺	344,0	46	125,0	39	189,1	27	1,01	с.о.
Протиофос	34643-46-4	ESI +	[M+H] ⁺	344,9	41	240,9	27	133,0	69	1,21	**
Пиметрозин	123312-89-0	ESI +	[M+H] ⁺	218,1	56	105,0	27	78,9	47	0,40	****
Пираклофос	89784-60-1	ESI +	[M+H] ⁺	361,1	76	138,1	49	111,0	79	1,03	****
Пираклостро- бин	175013-18-0	ESI +	[M+H] ⁺	388,1	6	194,0	19	163,0	29	1,02	****
Пирафлуфен- этил	129630-17-7	ESI +	[M+H] ⁺	413,0	91	339,0	25	253,0	43	1,00	***
Пиразофос	13457-18-6	ESI +	[M+H] ⁺	374,1	61	222,1	29	194,1	43	1,04	****
Пирадабен	96489-71-3	ESI +	[M+H] ⁺	365,1	26	309,1	19	147,2	31	1,24	****
Пирадафенти- он	119-12-0	ESI +	[M+H] ⁺	341,0	46	189,0	29	205,1	27	0,94	****

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (В)		
Пиридат	55512-33-9	ESI +	[M+H] ⁺	379,1	6	207,1	21	351,1	17	1,29	****
Метаболит пи- ридата (6- хлор-3-фенил- пирдазин-4- ол)	40020-01-7	ESI +	[M+H] ⁺	207,0	66	104,0	31	77,1	43	0,39	***
Пирифенкс	88283-41-4	ESI +	[M+H] ⁺	295,0	16	93,1	31	263,1	25	0,98	***
Пириметанил	53112-28-0	ESI +	[M+H] ⁺	200,1	51	82,0	35	106,9	33	0,91	****
Пирипрокси- фен	95737-68-1	ESI +	[M+H] ⁺	322,1	16	96,2	21	185,1	29	1,11	****
Кваиналфос	13593-03-8	ESI +	[M+H] ⁺	299,0	21	163,0	29	147,0	29	0,99	****
Кваинмерак	90717-03-6	ESI +	[M+H] ⁺	222,0	21	204,1	23	141,0	43	0,32	****
Кваинокламин	2797-51-5	ESI +	[M+H] ⁺	208,0	26	77,0	49	105,2	33	0,74	**
Кваиноксифен	124495-18-7	ESI +	[M+H] ⁺	307,9	21	162,0	57	197,1	43	1,14	****
Кваизалофол	76578-12-6	ESI -	[M-H] ⁻	343,1	-86	270,9	-18	242,9	-34	0,89	с.о.
Кваизалофол- этил	76578-14-8	ESI +	[M+H] ⁺	373,1	71	298,9	25	271,0	33	1,08	****
Кваизалофол-Р	94051-08-8	ESI +	[M+H] ⁺	345,1	81	299,1	25	162,9	49	0,89	**
Реземетрин	10453-86-8	ESI +	[M+NH4] ⁺	356,2	21	171,2	21	128,1	57	1,23	****
Римсульфурон	122931-48-0	ESI +	[M+H] ⁺	432,1	46	182,0	29	324,9	21	0,54	****
Ротенон	83-79-4	ESI +	[M+H] ⁺	395,1	66	213,0	29	192,2	31	0,98	с.о.
Себутилазин	7286-69-3	ESI +	[M+H] ⁺	230,1	21	174,2	25	104,2	41	0,91	****
Десэтил- Себутилазин	с.о.	ESI +	[M+H] ⁺	202,1	51	145,9	25	104,0	35	0,78	****
Сетоксидим	74051-80-2	ESI +	[M+H] ⁺	328,1	16	282,2	17	178,1	25	0,97	**
Сидурон	1982-49-6	ESI +	[M+H] ⁺	233,2	56	137,1	25	94,0	33	0,91	****
Силтиофам	175217-20-6	ESI +	[M+H] ⁺	268,1	36	139,1	25	73,0	39	0,98	****
Симазин	122-34-9	ESI +	[M+H] ⁺	202,1	26	124,2	25	132,2	27	0,75	***
2-Гидрокси- симазин	2599-11-3	ESI +	[M+H] ⁺	184,1	51	69,0	59	114,1	27	0,48	****
Симетрин	1014-70-6	ESI +	[M+H] ⁺	214,1	31	124,2	27	144,0	27	0,83	****
S-Метолахлор	51218-45-2	ESI +	[M+H] ⁺	284,1	16	251,9	19	176,1	35	0,97	****
Спинозин А	131929-60-7	ESI +	[M+H] ⁺	732,5	51	142,1	37	98,3	75	1,22	****
Спинозин D	131929-63-0	ESI +	[M+H] ⁺	746,5	66	142,2	39	98,1	79	1,29	***
Спироксамин	118134-30-8	ESI +	[M+H] ⁺	298,3	41	144,2	27	100,1	41	0,99	****
Сульфентра- зон	122836-35-5	ESI -	[M-H] ⁻	385,0	-56	307,1	-30	198,9	-44	0,77	***
Сульфомету- рон-метил	74222-97-2	ESI +	[M+H] ⁺	365,1	51	150,1	23	107,1	29	0,60	****
Сульфосуль- фурон	141776-32-1	ESI +	[M+H] ⁺	471,1	11	261,0	23	211,1	21	0,62	****
Сульфотеп	3689-24-5	ESI +	[M+H] ⁺	323,0	46	115,0	39	97,1	45	0,98	****
Сульпрофос	35400-43-2	ESI +	[M+H] ⁺	323,0	26	247,1	17	219,0	21	1,13	с.о.
Т-Флувалинат	102851-06-9	ESI +	[M+NH4] ⁺	520,1	31	208,1	23	181,1	41	1,23	***
Тebuконазол	107534-96-3	ESI +	[M+H] ⁺	308,1	21	70,0	39	124,9	47	0,99	****
Тebuфенозид	112410-23-8	ESI +	[M+H] ⁺	353,2	41	296,9	15	133,0	23	0,97	****
Тebuфенпирад	119168-77-3	ESI +	[M+H] ⁺	334,2	51	117,0	47	145,0	37	1,08	****
Тebuтам	35256-85-0	ESI +	[M+H] ⁺	234,2	21	91,0	29	192,2	19	0,96	****
Тebuтиурон	34014-18-1	ESI +	[M+H] ⁺	229,1	26	172,2	23	116,0	35	0,77	с.о.

Продолжение таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Иони- зация	Квази- молеку- лярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (B)	1-й SRM		2-й SRM		Относи- тельное время удержи- вания ⁴⁾	Чув- стви- тельность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)	масса Q3 (а.е.м.)	энер- гия колли- зии (B)		
Тефлу-бензулон	83121-18-0	ESI -	[M-H]-	379,0	-6	338,9	-12	358,8	-8	1,12	***
Тефлутрин	79538-32-2	ESI +	[M+NH4]+	436,1	31	177,1	29	127,0	79	1,19	с.о.
ТЕРР	107-49-3	ESI +	[M+H]+	291,1	46	179,0	27	99,0	49	0,71	****
Тепралоксидим	149979-41-9	ESI +	[M+H]+	342,1	56	250,1	19	166,1	29	0,75	****
Тербацил	5902-51-2	ESI +	[M+H]+	217,0	21	161,0	17	144,0	35	0,76	**
Тербуфос	13071-79-9	ESI +	[M+H]+	289,0	31	57,1	35	103,3	15	1,09	****
Тербуметон	33693-04-8	ESI +	[M+H]+	226,1	16	170,2	23	114,0	33	0,91	****
Тербутилазин	5915-41-3	ESI +	[M+H]+	230,1	41	174,1	23	104,2	43	0,90	****
2-Гидрокси-Тербутилазин	not available	ESI +	[M+H]+	212,1	31	156,0	23	114,0	35	0,79	****
Десэтил-Тербутилазин	30125-63-4	ESI +	[M+H]+	202,1	26	145,9	23	104,2	37	0,78	****
Тербутрин	886-50-0	ESI +	[M+H]+	242,1	21	186,1	25	68,1	57	0,96	****
Тетрахлор-винфос	22248-79-9	ESI +	[M+H]+	366,9	46	127,1	21	241,0	27	0,97	****
Тетраконазол	112281-77-3	ESI +	[M+H]+	372,0	46	159,0	39	70,0	47	0,95	****
Тетраметрин [(1R)-изомеры]	7696-12-0	ESI +	[M+NH4]+	349,2	26	164,2	29	135,2	23	1,09	***
5-Гидрокси-Тиабендазол	948-71-0	ESI +	[M+H]+	218,0	71	190,9	35	146,9	43	0,59	с.о.
Тиабендазол	148-79-8	ESI +	[M+H]+	202,0	61	131,1	43	174,9	35	0,72	***
Тиаклоприд	111988-49-9	ESI +	[M+H]+	253,0	81	126,0	29	186,0	19	0,65	****
Тиаметоксам	153719-23-4	ESI +	[M+H]+	292,0	51	211,0	17	181,0	31	0,30	****
Тифенсульфу-рон-метил	79277-27-3	ESI +	[M+H]+	388,0	36	167,0	21	204,9	33	0,51	****
Тиодикарб	59669-26-0	ESI +	[M+H]+	355,0	26	88,0	21	107,8	21	0,82	****
Тиофанокс	39196-18-4	ESI +	[M+H]+	219,1	16	57,0	17	60,9	15	0,80	****
Тиофанокс-сульфон	39184-59-3	ESI +	[M+NH4]+	268,1	16	57,0	29	75,9	17	0,50	***
Тиофанокс-сульфоксид	39184-27-5	ESI +	[M+NH4]+	252,1	11	104,0	17	57,2	27	0,44	***
Тиометон	640-15-3	ESI +	[M+H]+	246,9	26	89,1	17	61,1	49	0,81	**
Тиофанат (атил)	23564-06-9	ESI +	[M+H]+	371,1	41	151,0	27	325,1	17	0,86	с.о.
Тиофанат-метил	23564-05-8	ESI +	[M+H]+	343,0	26	151,0	25	192,0	21	0,75	****
Толклофос-метил	57018-04-9	ESI +	[M+H]+	301,0	46	268,9	23	175,0	35	1,02	**
Толилфлуанид	731-27-1	ESI +	[M+NH4]+	364,0	6	237,9	19	137,1	37	0,98	****
Трансфлутрин	118712-89-3	ESI +	[M+NH4]+	388,0	1	82,0	17	162,9	33	1,12	с.о.
Триадимефон	43121-42-3	ESI +	[M+H]+	294,0	36	197,2	21	225,1	19	0,93	***
Триадименол	55219-65-3	ESI +	[M+H]+	296,1	11	70,1	19	227,2	15	0,94	***
Три-аллат	2303-17-5	ESI +	[M+H]+	304,0	41	142,9	35	86,1	23	11,10	***
Триасульфурон	82097-50-5	ESI +	[M+H]+	402,1	46	167,1	25	140,8	29	0,65	****
Тривазамат	112143-82-5	ESI +	[M+H]+	315,1	26	72,1	33	226,0	17	0,95	***
Тривазофос	24017-47-8	ESI +	[M+H]+	314,0	36	119,1	47	162,1	25	0,94	****
Трибенурон-метил	101200-48-0	ESI +	[M+H]+	396,1	51	155,0	21	180,9	27	0,67	****
Трихлорфон	52-68-6	ESI +	[M+NH4]+	274,0	6	108,9	31	221,0	21	0,50	***

Окончание таблицы Б.1

Пестициды ¹⁾ (метаболиты)	Номер CAS ²⁾	Ионизация	Квази-молекулярный ион	Масса Q1 (а.е.м.)	DP ³⁾ (В)	1-й SRM		2-й SRM		Относительное время удерживания ⁴⁾	Чувствительность ⁵⁾
						масса Q3 (а.е.м.)	энергия коллизии (В)	масса Q3 (а.е.м.)	энергия коллизии (В)		
Триклопир	55335-06-3	ESI -	[M-H] -	255,9	-16	197,9	-12	219,8	-6	0,75	***
Трициклазол	41814-78-2	ESI +	[M+H]+	190,0	46	163,1	31	136,2	37	0,67	****
Тридеморф	24602-86-6	ESI +	[M+H]+	298,3	56	130,1	35	116,1	33	1,34	**
Триэтазин	1912-26-1	ESI +	[M+H]+	230,1	26	99,1	33	132,1	29	0,95	****
Трифлуксифенбутин	141517-21-7	ESI +	[M+H]+	409,1	11	186,1	23	206,1	21	1,03	****
Трифлунизол	68694-11-1	ESI +	[M+H]+	346,0	6	278,0	17	73,1	23	1,05	****
Трифлумурон	64628-44-0	ESI -	[M-H] -	357,0	-16	154,0	-14	175,9	-22	1,03	****
Трифлусульфурон-метил	126535-15-7	ESI +	[M+H]+	493,1	46	264,0	29	238,0	29	0,83	***
Тринексапактил	95266-40-3	ESI +	[M+H]+	253,1	71	68,8	29	207,0	17	0,57	**
Трис-(1,3-дихлор-изопропил)-фосфат	13674-87-8	ESI +	[M+H]+	430,9	66	98,9	31	209,0	21	с.о.	с.о.
Тритиконазол	131983-72-7	ESI +	[M+H]+	318,1	36	70,2	33	125,2	41	0,95	****
Тритосульфурон	142469-14-5	ESI +	[M+NH4]+	463,1	1	195,0	29	145,0	59	0,76	**
Униконазол	83657-22-1	ESI +	[M+H]+	292,1	31	70,1	37	125,1	37	0,98	***
Вамидотион	2275-23-2	ESI +	[M+H]+	288,0	16	145,9	17	117,9	31	0,55	****

Примечания

¹⁾ Наименование пестицида (метаболита) на английском языке может быть уточнено по номеру CAS (см. примечание 2).

²⁾ Обозначение «CAS» является аббревиатурой «Chemical Abstract Service». CAS представляет собой международный стандарт для описания наименований и свойств химических веществ. Согласно указанному международному стандарту каждому известному химическому веществу, в том числе изомерам химических веществ, присваивается уникальный номер, который состоит из трех цифровых групп. Первая группа может содержать до семи чисел, вторая – до двух. Номера CAS кодируются так называемой «проверочной суммой», которая содержится в третьей цифровой группе. С 1965 г. по настоящее время в стандарте CAS зарегистрировано около 70 миллионов отдельных химических веществ. Для работы с системой номеров CAS с целью поиска веществ, уточнения их наименований и характеристик опубликованы платные и бесплатные базы данных, некоторые из которых доступны в сети интернет, например, по адресу <http://www.cas-lo.org>.

³⁾ Потенциал декластеризации.

⁴⁾ Относительное время удерживания рассчитывают на основе времени удерживания активного вещества пестицида «Имазалил». В случае двух пиков относительное время удерживания рассчитывают по наиболее высокому пику.

⁵⁾ * – детектирование с наименьшей чувствительностью;

**** – детектирование с наивысшей чувствительностью;

с.о. – сведения отсутствуют.

Б.2 Значения напряжения для разрешения кластеров (DP), приведенные в приложении А для прибора API 2000^{®*}, должны быть повышены на 20 В при использовании тандемного масс-спектрометра API 3000^{®*} или API 4000^{®*}. При этом необходимо учитывать, что высокие значения напряжения DP не только разрушает кластеры, но может привести к фрагментированию прекурсорных ионов в ионном источнике (ESI). В случае использования масс-спектрометров API 3000^{®*} или API 4000^{®*} нет необходимости в согласовании уровня энергии коллизии между ними, так как разница составляет менее 5 В.

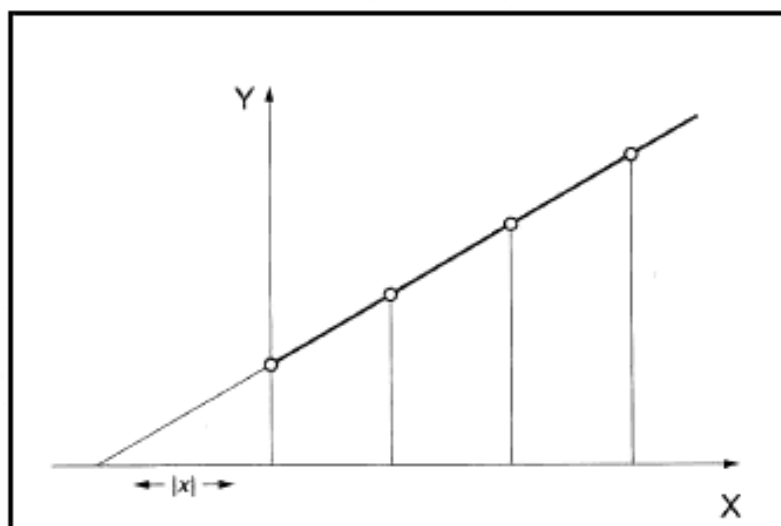
При применении масс-спектрометров других моделей точное значение энергии коллизии определяют в ходе предварительных испытаний пестицидов, используя различные уровни энергии коллизии (низкий и высокий уровни), так как они оказывают прямое влияние на интенсивность массового перехода. На основе данных, приведенных в таблице Б.1, и наблюдаемой разницы между уровнями энергии коллизии для прибора модели «Х» в сравнении с прибором API 2000^{®*} могут быть оценены значения энергии коллизии для других пестицидов. Значения напряжения для разрушения кластеров (англ. «Declustering potential» или «Cone voltage») для приборов других моделей подлежат отдельному определению. В сравнении с параметрами, приведенными в приложении А, уровни энергии коллизии оказывают меньшее влияние на интенсивность массового перехода.

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

Приложение В
(рекомендуемое)

Внутренняя градуировка по способу добавленного пестицида

В.1 Внутренняя градуировка по способу добавленного пестицида приведена на рисунке В.1.



Y – площадь пика пестицида; X – масса добавки пестицида, мкг; $|x|$ – масса пестицида в экстракте пробы, получаемая экстраполяцией, мкг [до добавления пестицида ($y = 0$); ($x = y$) – отрезок (c)/наклон прямой (b)].

Рисунок В.1

Приложение Г
(справочное)

Результаты эксперимента по оценке точности метода ВЭЖХ-МС/МС определения остаточных количеств пестицидов

Г.1 Данные по оценке точности метода, полученные в рамках межлабораторных испытаний, проведенных в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-2, приведены в таблице Г.1.

Т а б л и ц а Г.1 – Данные метрологического подтверждения результатов испытаний пестицидов, полученные подгруппой из ФРГ федеральной рабочей группы «Анализ средств защиты растений и борьбы с вредителями» (общее количество определений для всех матриц проб $n = 12000$)

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида, мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	n	
3,4,5-Триметакарб	водосодержащая	0,100	97	22	35	7
3,4,5-Триметакарб		0,010	95	12	40	8
Ацефат		0,100	87	20	35	7
Ацефат		0,010	85	23	40	8
Алдикарб		0,100	85	37	30	6
Алдикарб		0,010	82	31	35	7
Азоксистробин		0,100	92	20	35	7
Азоксистробин		0,010	97	11	35	7
Карбарил		0,100	99	21	35	7
Карбарил		0,010	96	17	40	8
Карбендазим		0,100	67	70	35	7
Карбендазим		0,010	69	59	40	8
Карбофуран		0,100	104	24	35	7
Карбофуран		0,010	108	24	40	8
Циносульфурон		0,100	83	25	35	7
Циносульфурон		0,010	86	27	40	8
Кипродинил		0,100	77	40	30	6
Кипродинил		0,010	75	51	35	7
Диметоат		0,100	107	18	35	7
Диметоат		0,010	104	25	35	7
Этиофенкарб		0,100	33	87	30	6
Этиофенкарб		0,010	22	114	35	7
Фенгексамид		0,100	87	42	35	7
Фенгексамид		0,010	75	65	35	7
Феноксикарб		0,100	75	40	35	7
Феноксикарб		0,010	75	53	40	8
Фенпропиморф		0,100	72	35	35	7
Фенпропиморф		0,010	59	64	40	8
Флафеноксурон		0,100	65	36	30	6
Флафеноксурон		0,010	64	56	40	8
Имазалил		0,100	74	38	25	5
Имазалил		0,010	94	22	25	5
Имдаклоприд		0,100	99	12	35	7
Имдаклоприд		0,010	102	15	40	8
Индоксакарб		0,100	71	38	35	7
Индоксакарб		0,010	62	67	35	7
Ипроваликарб		0,100	96	17	35	7
Ипроваликарб		0,010	96	14	40	8
Изопротурон		0,100	99	18	35	7
Изопротурон		0,010	93	40	40	8
Линурон	0,100	91	23	35	7	
Линурон	0,010	87	30	40	8	
Металаксил	0,100	103	16	35	7	
Металаксил	0,010	107	19	40	8	

Окончание таблицы Г.1

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида, мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	n	
Метамидофос	водосодержащая	0,100	77	22	35	7
Метамидофос		0,010	70	16	40	8
Метиокарб		0,100	91	21	35	7
Метиокарб		0,010	91	19	40	8
Метомил		0,100	106	29	30	6
Метомил		0,010	108	34	35	7
Метоксифеноцид		0,100	98	10	30	6
Метоксифеноцид		0,010	85	50	30	6
Метолахлор		0,100	93	19	35	7
Метолахлор		0,010	107	50	40	8
Метсульфурон-метил		0,100	94	14	35	7
Метсульфурон-метил		0,010	92	18	40	8
Монокротофос		0,100	113	29	35	7
Монокротофос		0,010	108	17	35	7
Оксамил		0,100	109	19	35	7
Оксамил		0,010	111	14	40	8
Оксидеметон-метил		0,100	112	17	35	7
Оксидеметон-метил		0,010	112	15	40	8
Пикоксистробин		0,100	72	33	35	7
Пикоксистробин		0,010	74	46	35	7
Пиримикарб		0,100	94	20	35	7
Пиримикарб		0,010	97	13	40	8
Промекарб		0,100	92	18	35	7
Промекарб		0,010	94	20	40	8
Пропамокарб		0,100	73	30	35	7
Пропамокарб		0,010	68	38	40	8
Пропоксур		0,100	100	21	35	7
Пропоксур		0,010	107	24	40	8
Просульфурон		0,100	101	21	35	7
Просульфурон		0,010	97	17	40	8
Пиметрозин		0,100	79	35	35	7
Пиметрозин		0,010	86	34	40	8
Пираклостробин		0,100	70	49	35	7
Пираклостробин		0,010	61	70	35	7
Пириметанил		0,100	86	28	35	7
Пириметанил		0,010	80	44	40	8
Спироксамин		0,100	72	42	35	7
Спироксамин		0,010	72	45	35	7
Тебуконазол		0,100	83	32	35	7
Тебуконазол		0,010	96	33	30	6
Тебуфвензид	0,100	84	41	35	7	
Тебуфвензид	0,010	80	42	40	8	
Тиабендазол	0,100	85	27	35	7	
Тиабендазол	0,010	87	38	40	8	
Тиаклоприд	0,100	77	57	35	7	
Тиаклоприд	0,010	79	53	40	8	
Тифенсульфурон-метил	0,100	95	13	35	7	
Тифенсульфурон-метил	0,010	90	13	40	8	
Тиофанокс	0,100	78	39	30	6	
Тиофанокс	0,010	78	18	25	5	
Вамидотион	0,100	101	36	30	6	
Вамидотион	0,010	98	26	35	7	

Г.2 Сведения об отдельных испытаниях по метрологическому подтверждению результатов определения остаточных количеств пестицидов приведены в таблице Г.2.

Т а б л и ц а Г.2 – Сведения об отдельных испытаниях по метрологическому подтверждению результатов определения остаточных количеств пестицидов (общее количество определений для всех матриц проб $n = 18000$)

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида (среднее значение), мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	n	
2,4-D	водосодержащая	0,050	107	6	7	1
3,4,5-Триметакарб		0,100	83	19	67	3
3-Гидроксикарбофуран		0,100	98	17	88	5
5-Гидрохлоротиодимсульфон		0,100	92	49	12	1
Абамектин		0,025	60	26	17	2
Ацефат		0,025	78	25	200	5
Ацетамиприд		0,025	85	16	121	6
Алдикарб		0,025	76	37	148	5
Алдикарб-сульфоксид		0,100	108	27	98	4
Альдоксикарб		0,099	94	22	101	5
Амидосульфурон		0,100	91	21	66	2
Атразин		0,100	88	17	71	2
Азоксистробин		0,050	82	21	183	7
Барбан		0,025	74	16	17	1
Беналаксил		0,025	73	20	44	2
Бендиокарб		0,075	101	25	90	4
Бенсульфурон-метил		0,100	89	17	65	2
Боскалид		0,025	83	16	30	3
Бромексинил		0,050	112	4	7	1
Бромуконазол		0,025	72	19	42	1
Бапиримат		0,100	94	17	3	1
Бапрофецин		0,025	68	23	41	1
Батоксикарбоксим		0,100	78	49	74	3
Батоксикарбоксим-сульфоксид		0,100	113	24	70	2
Батоксикарбоксим		0,100	94	20	72	2
Кадусафос		0,025	75	22	45	2
Карбарил		0,025	90	20	212	8
Карбендазим		0,025	68	42	150	7
Карбетамид		0,025	85	14	17	1
Карбофуран		0,025	90	19	155	6
Карбофуран-3-кетон		0,099	93	13	3	1
Карвон		0,099	60	23	3	1
Хлорфенвинфос		0,100	73	31	5	1
Хлоридазон		0,025	84	16	17	1
Хлорпрофам		0,100	40	17	5	1
Хлорпирифос		0,100	87	14	3	1
Хлорсульфурон		0,100	89	21	67	2
Цинидон-этил		0,025	54	25	17	1
Киносульфурон		0,100	93	17	64	3
Клетодим		0,100	78	28	27	1
Клетодим-имин-сульфон		0,100	114	10	12	1
Клетодим-имин-сульфоксид		0,100	108	13	12	1
Карбетамид		0,025	85	14	17	1
Карбофуран		0,025	90	19	155	6
Клетодим-сульфон		0,100	134	15	12	1
Клетодим-сульфоксид		0,100	138	4	5	1
Клофентезин		0,025	49	35	17	1
Циклоксимид	0,010	60	40	38	2	
Цимоксанил	0,025	66	29	15	2	
Ципроконазол	0,025	74	24	21	2	
Ципродинил	0,025	71	24	159	7	
Циромазин	0,025	19	71	8	1	
Деметон-S-метил	0,025	78	29	171	6	

Продолжение таблицы Г.2

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида (среднее значение), мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	л	
Деметон-S-метилсульфон	водосодержащая	0,025	98	21	192	7
Десмедифам		0,100	115	27	40	1
Десметилформаидопиримикарб		0,030	92	5	6	1
Десметил-пиримикарб		0,030	88	4	6	1
Диазинон		0,075	86	16	4	1
Дихлорфлуанид		0,025	34	98	13	1
Дикротофос		0,025	82	17	41	1
Диетофенкарб		0,025	82	18	48	2
Дифенокназол		0,025	53	49	43	1
Дифлубензурон		0,025	74	35	88	3
Дифлуфеникан		0,025	52	43	18	1
Диметаклор		0,025	76	20	17	1
Диметоат		0,025	90	19	206	6
Диметоморф		0,025	63	24	19	1
Диниконазол		0,025	59	37	40	2
Дифениламин		0,025	64	36	35	1
Диурон		0,100	82	18	67	2
Эпоксиконазол		0,025	64	27	37	1
Этиофенкарб		0,025	57	39	90	6
Этиофенкарб-сульфон		0,100	104	19	78	3
Этиофенкарб-сульфоксид		0,100	148	23	65	3
Этион		0,025	70	26	15	1
Этофумесат		0,025	75	19	15	1
Этопрофос		0,025	54	28	15	1
Этофенпрокс		0,025	52	52	6	1
Фамоксадон		0,025	48	51	24	2
Фенамифос		0,025	80	24	13	1
Фенамифос-сульфон		0,025	88	14	15	1
Фенамифос-сульфоксид		0,025	101	22	15	1
Фенаримол		0,025	66	22	15	1
Феназаквин		0,025	58	43	12	1
Фенбуконазол		0,025	58	29	37	1
Фенбутатин-оксид		0,025	27	34	8	1
Фенфурам		0,025	61	44	14	1
Фенгексамид		0,025	81	30	207	6
Фенитротрион		0,025	74	35	8	1
Феноксикарб		0,025	73	26	192	6
Фенпропиморф		0,025	67	29	163	5
Фенпироксимат		0,025	58	34	41	2
Фентион		0,025	72	19	15	1
Фентион-сульфон		0,025	74	19	15	1
Фентион-сульфоксид		0,025	95	19	15	1
Фипронил		0,025	70	27	34	1
Флазасульфурон		0,100	77	33	64	2
Флорасулам		0,010	90	3	5	1
Флуазифоп		0,025	70	18	31	1
Флуазифоп-бутил		0,025	55	27	12	1
Флуазифоп-P-бутил		0,100	60	28	74	3
Флудиоксонил		0,010	68	37	95	4
Флуфенацет		0,025	68	33	24	2
Флуфеноксурон		0,025	63	37	154	5
Флуквинконазол		0,025	70	43	29	1
Флуртамон		0,025	73	24	12	1

Продолжение таблицы Г.2

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида (среднее значение), мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	n	
Флусилазол	водосодержащая	0,025	61	33	13	1
Флутриафол		0,100	94	16	15	1
Фостиазат		0,010	88	5	5	1
Фуратиокарб		0,100	65	27	91	4
Галофеноцид		0,025	84	16	33	1
Галоксифоп		0,055	104	27	10	1
Галоксифоп-этоксизтил		0,100	68	24	67	2
Галоксифоп-метил		0,100	65	20	67	2
Индоксакарб		0,010	57	52	42	4
Иодосульфурон-метил		0,010	91	10	5	1
Иоксинил		0,050	106	4	7	1
Ипроваликарб		0,050	94	20	32	4
Изопротурон		0,100	85	18	77	3
Изосафлутол		0,100	91	40	71	2
Крезоксим-метил		0,025	69	28	14	2
Ленацил		0,025	74	22	13	1
Линурон		0,100	81	21	90	5
Луфенурон		0,025	62	48	76	3
МСРА		0,050	116	9	7	1
Мекарбам		0,025	59	26	12	1
Меклопроп-Р		0,050	110	13	7	1
Мепанипирим		0,025	79	20	16	1
Мепронил		0,025	76	23	35	2
Мезотрион		0,055	45	18	10	1
Металаксил		0,025	88	21	196	7
Метамитрон		0,050	65	30	82	4
Метконазол		0,025	47	42	31	1
Метабензтиазурон		0,025	75	34	13	1
Метамидофос		0,025	68	29	193	5
Метидатион		0,025	66	33	31	1
Метиокарб (Меркаптодиметур)		0,050	86	24	175	6
Метиокарбсульфон		0,099	93	24	22	4
Метиокарб-сульфоксид		0,099	106	10	12	3
Метомил		0,025	94	35	145	8
Метоксифенозид		0,025	84	24	87	5
Метобромурон		0,050	105	15	12	2
Метолахлор		0,100	83	16	75	3
Метосулам		0,025	97	19	9	1
Метсульфурон-метил		0,100	91	18	61	2
Монокротофос		0,025	91	18	177	6
Монолинурон		0,025	90	16	25	3
Миклобутанил	0,025	77	29	35	1	
Никосульфурон	0,100	85	23	65	2	
Нитенпирам	0,025	51	69	30	2	
Офурак	0,025	82	21	29	1	
Ометоат	0,025	90	21	182	6	
Оксадиксил	0,010	97	14	3	1	
Оксамил	0,025	96	22	118	5	
Оксидеметон-метил	0,025	100	29	139	7	
Пенконазол	0,025	70	35	31	1	
Пенкикурон	0,025	64	27	29	1	
Фенмедифам	0,100	114	31	39	1	

Окончание таблицы Г.2

Пестицид	Основная характеристика матрицы пробы	Добавленное количество пестицида (среднее значение), мг/кг	Данные о повторном нахождении пестицида			Количество лабораторий
			W, %	RSD, %	л	
Форат	водосодержащая	0,025	46	29	11	1
Форат-сульфоксид		0,100	123	7	5	1
Фозалон		0,099	11	42	3	1
Пикоксистробин		0,025	63	33	22	3
Пиримикарб		0,025	85	26	190	5
Профенофос		0,025	66	23	29	1
Промекарб		0,100	86	20	99	4
Пропамокарб		0,025	52	40	119	6
Пропаргит		0,025	57	40	37	1
Пропиконазол		0,025	62	22	30	1
Пропоксур		0,025	87	19	203	6
Пролизамид		0,025	77	18	15	1
Просульфурон		0,100	98	21	65	2
Пиметрозин		0,050	72	30	119	6
Пираклостробин		0,025	82	36	22	3
Пиразофос		0,025	62	19	30	1
Пиридабен		0,025	59	45	37	1
Пиридафентион		0,025	76	17	31	1
Пиридат		0,025	59	70	63	3
Пирифенокс		0,025	61	21	13	1
Пириметанил		0,025	81	20	191	6
Пирипроксифен		0,025	62	25	31	1
Квинмерак		0,050	99	40	9	2
Квизалофол-этил		0,100	61	22	65	2
Римсульфурон		0,100	83	24	66	3
Спинозад		0,025	50	32	16	2
Спироксамин		0,025	69	32	120	5
Тебуконазол		0,025	75	24	195	6
Тебуфенозид		0,025	86	20	124	7
Тебуфенпирад		0,025	64	36	29	1
Тефлубензурон		0,025	77	36	53	3
Тербутилазин		0,025	75	21	15	1
Тетраконазол		0,025	64	32	39	3
Тиабендазол		0,025	70	31	144	8
Тиаклоприд		0,050	84	26	111	7
Тиаметоксам		0,040	82	20	23	5
Тифенсульфурон-метил		0,050	110	9	7	1
Тиодикарб		0,050	68	47	117	6
Тиофанокс		0,100	68	42	58	4
Тиофанокс-сульфон		0,010	90	5	5	1
Тиофанокс-сульфоксид	0,050	125	34	7	1	
Тиофанат-метил	0,025	20	112	29	3	
Толилфлуанид	0,025	63	64	16	2	
Триадимефон	0,025	79	19	17	2	
Триасульфурон	0,100	84	25	65	2	
Триазофос	0,025	72	24	28	1	
Трихлорфон	0,055	87	13	10	1	
Трифлуксистробин	0,025	60	44	20	2	
Трифлумизол	0,025	42	55	25	1	
Трифлумурон	0,025	62	36	68	3	
Трифлусульфурон-метил	0,050	101	10	7	1	
Трифорин	0,025	81	27	45	4	
Вамидотион	0,100	83	39	72	3	

Г.3 Дополнительные сведения о подтверждении результатов испытания остаточных количеств пестицидов содержатся в интернет-базе данных по адресу <http://www.crl-pesticides-datapool.eu>.

В таблицах Г.1 и Г.2 применяют следующие сокращения:

- RSD – относительное стандартное отклонение (RSD_r – повторяемости, RSD_R – воспроизводимости), соответственно;

- W – относительное количество добавленного пестицида, обнаруженное после испытания;

- n – количество определений.

Все значения относительного стандартного отклонения (RSD_r/RSD_R) имеют одинаковую весомость.

Библиография

- [1] EN 15637:2008 Foods of plant origin – Determination of pesticide residues using LC-MS/MS following methanol extraction and clean-up using diatomaceous earth
- [2] Technical report CEN/TR 15641:2007 Food analysis – Determination of pesticide residues by LC-MS/MS – Tandem mass spectrometric parameters; German version CEN/TR 15641:2007

УДК 664.8:006.354

МКС 67.080.01

Ключевые слова: соковая продукция из фруктов и овощей, методы испытаний, высокоэффективная жидкостная хроматография, tandemная масс-спектрометрия, пестициды

Подписано в печать 16.03.2015. Формат 60x84¹/₈.

Усл. печ. л. 4,65. Тираж 31 экз. Зак. 538

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru