*Изображение Государственного Герба Республики Казахстан*

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Продукты питания растительного происхождения**

**МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНОГО КОЛИЧЕСТВА ПЕСТИЦИДОВ С ПОМОЩЬЮ ГХ ИЛИ ЖХ-МС/МС**

**Часть 3**

**Идентификация и обеспечение правильности результатов**

**СТ РК EN 12393-3 –\_\_\_\_**

*(EN 12393-3:2013 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 3: Determination and confirmatory tests, IDT)*

Настоящий национальный стандарт является идентичным воспроизведением европейского стандарта ЕN 12393-2:2013 и принят с разрешения CEN, по адресу: пр. Марникс 17, В-1000 Брюссель

*Настоящий проект стандарта не подлежит*

*применению до его утверждения*

**Комитет технического регулирования и метрологии**

**Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан**

**(Госстандарт)**

**Астана**

**Предисловие**

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН** Товариществом с ограниченной ответственностью «Kazakhstan Business Solution»
2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Приказом Председателя Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан от \_\_\_\_\_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_\_\_\_
3. Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту   
   EN *12393-3:2013 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 3: Determination and confirmatory tests*  (Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остаточного количества пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 3. Идентификация и обеспечение правильности результатов)

Европейский стандарт EN 12393-3:2013 разработан Техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 275 «Анализ продуктов питания. Горизонтальные методы»

Перевод с английского языка (en).

Официальный экземпляр европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий национальный стандарт и на которые даны ссылки, имеется в Едином государственном фонде нормативных технических документов

Официальной версией является текст на государственном и русском языке

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылочные международные стандарты, международные документы актуализированы

Сведения о соответствии национальных стандартов ссылочным международным стандартам приведены в дополнительном Приложении В.А

Степень соответствия – идентичная (IDT).

1. В настоящем стандарте реализованы нормы раздела 15 «Единых санитарно-эпидемиологических и гигиенических требований к продукции (товарам), подлежащим санитарно-эпидемиологическому надзору (контролю)», утвержденные решением Комиссии таможенного союза от 2 марта 2011 года № 571
2. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном каталоге «Документы по стандартизации», а текст изменений и поправок – в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в периодически издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»*

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета технического регулирования и метрологии Министерства торговли и интеграции Республики Казахстан

**Содержание**

[Введение IV](#_Toc195798564)

[1 Область применения 1](#_Toc195798565)

[2 Нормативные ссылки 1](#_Toc195798566)

[3 Общие положения 1](#_Toc195798567)

[4 Определение 2](#_Toc195798568)

[4.1 Общие положения 2](#_Toc195798569)

[4.2 Газовая хроматография (ГХ) 3](#_Toc195798570)

[4.3 Жидкостная хроматография с тандемной масс-спектрометрической детекцией (ЖХ-МС/МС) 4](#_Toc195798571)

[5 Методы подтверждения результатов 5](#_Toc195798572)

[5.1 Общие положения 5](#_Toc195798573)

[5.2 Подтверждение результатов ГХ с использованием селективных детекторов 5](#_Toc195798574)

[5.3 Подтверждение результатов с использованием масс-спектрометрии (МС или МС/МС) 6](#_Toc195798575)

[Приложение А *(информационное)* Обычные условия проведения газохроматографического определения 7](#_Toc195798576)

[Приложение В *(информационное)* Типовые условия работы ГХ-МС/МС 9](#_Toc195798577)

[Приложение С *(информационное) Т*иповые условия работы жидкостной хроматографии (ЖХ) 14](#_Toc195798578)

[Библиография 18](#_Toc195798579)

[Приложение В.А *(информационное)* Сведения о соответствии стандартов ссылочным международным стандартам 19](#_Toc195798580)

# Введение

Настоящий стандарт устанавливает ряд многокомпонентных методов, имеющих равный статус: ни один метод не может быть определён как основной, поскольку в этой области методы постоянно развиваются. Выбранные методы, включённые в настоящий стандарт, были верифицированы и/или широко используются по всей Европе.

Поскольку данные методы применяются к очень широкому диапазону комбинаций продуктов питания и пестицидов, используя различные системы для определения, в некоторых случаях могут возникать вариации в используемом оборудовании, методах экстракции, очистки и хроматографических условиях, что позволяет улучшить производительность метода (см. раздел 3).

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

**Продукты питания растительного происхождения**

**МУЛЬТИМЕТОДЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНОГО КОЛИЧЕСТВА ПЕСТИЦИДОВ С ПОМОЩЬЮ ГХ ИЛИ ЖХ-МС/МС**

**Часть 3**

**Идентификация и обеспечение правильности результатов**

**Дата введения \_\_\_\_-\_\_-\_\_**

# Область применения

Настоящий стандарт распространяется на продукты питания растительного происхождения устанавливает рекомендации по использованию отдельных методик, предназначенных для определения остаточных количеств пестицидов в продуктах питания растительного происхождения, а также по проведению соответствующих подтверждающих испытаний.

Идентификация любого обнаруженного остатка пестицида подлежит обязательному подтверждению, особенно в тех случаях, когда результаты анализа указывают на возможное превышение установленного максимально допустимого уровня остаточного количества (MRL).

# Нормативные ссылки

Не применяются.

# Общие положения

Установленные в настоящем стандарте методы позволяют проводить идентификацию и количе­ственное определение содержания остатков пестицидов методами газовой хроматографии с использованием селективных детекторов или жидкостной хроматографии с детектором тандемной масс-спектрометрии (ЖХ–МС/МС).

Все важные результаты должны быть подтверждены с точки зрения идентификации и количественного содержания веществ.

Перечисленные в настоящем стандарте ме­тоды, такие, как газовая хроматография с использованием альтернативных разделительных колонок и альтернативных детекторов, высокоэффективная жидкостная хроматография (ВЭЖХ), фракциони­рование на колонке, дериватизация, а также спектральные измерения подходят для подтверждения результатов.

Результаты, полученные при помощи масс-спектрометрии (МС), имеют максимальное значение для подтверждения результатов идентификации.

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

*Проект, редакция 2*

Как уже отмечалось во введении, в ряде случаев возможно повышение эффективности метода путём варьирования используемого оборудования, условий экстракции, очистки и параметров хроматографии. Все изменения должны быть документированы и подтверждены соответствующими данными о воспроизводимости и достоверности полученных результатов.

# Определение

# Общие положения

**4.1.1 Идентификация**

Для установления идентичности определяемого аналита, присутствующего в экстракте пробы, могут использоваться следующие параметры:

1. время удерживания (RT) соответствующего аналита, либо соотношение времени удерживания аналита и внутреннего стандарта (Rt(А)/Rt(ISTD)), полученное в одном и том же хроматографическом запуске (одновременное использование колонок различной полярности повышает достоверность идентификации);
2. при использовании масс-спектрометрии (МС или МС/МС) – относительная интенсивность регистрируемых ионов (в случае МС, как правило, требуется анализ трёх ионов; при МС/МС – двух [селективных регистраций избранных реакций распада иона](https://www.multitran.com/m.exe?s=%D1%81%D0%B5%D0%BB%D0%B5%D0%BA%D1%82%D0%B8%D0%B2%D0%BD%D0%B0%D1%8F+%D1%80%D0%B5%D0%B3%D0%B8%D1%81%D1%82%D1%80%D0%B0%D1%86%D0%B8%D1%8F+%D0%B8%D0%B7%D0%B1%D1%80%D0%B0%D0%BD%D0%BD%D1%8B%D1%85+%D1%80%D0%B5%D0%B0%D0%BA%D1%86%D0%B8%D0%B9+%D1%80%D0%B0%D1%81%D0%BF%D0%B0%D0%B4%D0%B0+%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%B0&l1=2&l2=1) (SRM)с);
3. применение масс-спектрометрии высокого разрешения;
4. при использовании МС с ионизацией ударными электронами – сопоставление полного масс-спектра предполагаемого пика (после возможного вычитания фонового сигнала) с библиотеками спектров;
5. количественное определение эквивалентных концентраций с применением различных типов селективных детекторов: электронозахватного (ECD), азотно-фосфорного (NPD) или пламенно-фотометрического (FPD).

Параметры, полученные при анализе пробы, сопоставляются с аналогичными параметрами для стандартизированных растворов пестицидов. При необходимости повышения уровня достоверности идентификации могут применяться дополнительные меры, включая изменение условий хроматографического разделения или анализ дополнительных значений масса/заряд или переходов SRM. Наличие стабильных изотопов определённых элементов (например, Cl, Br, S) может служить дополнительным критерием подтверждения при использовании методов МС.

Дополнительные сведения по критериям идентификации приведены в [1].

**4.1.2 Количественное определение**

Для количественного анализа следует использовать хроматографическую систему, откалиброванную с применением достаточного количества калибровочных точек, равномерно распределённых по диапазону измерений. Точность калибровки должна соответствовать установленным требованиям. Все измерения должны проводиться в пределах откалиброванного диапазона. В исключительных случаях допускается применение одноступенчатой калибровки, при этом необходимо убедиться в отсутствии различий в отклике аналита в смеси по сравнению с индивидуальными веществами. При анализе смесей изомеров, продуктов распада или производных веществ могут потребоваться специальные условия калибровки.

Для калибровки могут использоваться стандартные растворы как в растворителях, так и в «чистой» матрице (стандарты, согласованные по матрице). В случае невозможности исключения матричных эффектов при вводе в ГХ или при ионизации при атмосферном давлении, предпочтительно использовать стандарты, согласованные по матрице, или, ещё лучше – метод добавок.

Для контроля нестабильности отклика детектора и ошибок, влияющих на итоговое количество аналита в экстракте, рекомендуется добавление одного или нескольких внутренних стандартов – либо в экстракт, либо до экстракции. Для учёта возможных потерь определяемых веществ или влияния матрицы допускается добавление стабильных изотопно-маркированных стандартов (при наличии) до начала экстракции.

Все сигналы, автоматически распознанные программным обеспечением, могут рассматриваться как потенциальные остатки пестицидов. Окончательное количественное определение должно основываться на визуальной проверке хроматограмм.

Перед применением настоящего стандарта для количественного определения пестицидов, которые ранее не анализировались, необходимо провести полную первичную валидацию метода. В остальных случаях достаточно текущей верификации эффективности метода, подтверждающей его точность в конкретной лаборатории.

Дополнительные сведения по критериям количественного определения приведены в [1] (актуальная версия).

# Газовая хроматография (ГХ)

**4.2.1 Общие положения**

Детекторы (см. EN 12393-1:2013, 3.4) должны быть должным образом откалиброваны и настроены в соответствии с инструкциями производителя. Необходимо периодически проверять стабильность чувствительности детекторов путём верификации линейности калибровочных кривых с использованием стандартных растворов пестицидов.

Измерения могут проводиться на различном оборудовании с использованием различных хроматографических параметров и колонок. Примеры подходящих параметров и колонок приведены в приложениях A и B.

Для получения сведений о рекомендуемых условиях проведения ГХ-МС см. [2], а для ГХ-МС/МС – см. [3].

Практика показывает, что сопоставимые результаты могут быть получены при использовании различных условий ГХ и приборов разных производителей. В то же время, стандартные параметры ГХ не гарантируют идентичное качество результатов.

**4.2.2 Колонки для газовой хроматографии**

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

В качестве газа-носителя применяют чистый сухой азот (без примесей кислорода и воды), водород или гелий. Скорость потока зависит от величины и типа колонки. В общем случае скорость потока газа настраивают как можно точнее. Все подводы газа должны быть оборудованы фильтрами, которые регулярно регенерируют.

Следует обеспечить такие условия анализа (длина колонки, тип неподвижной фазы, температура инжектора и детектора, скорость потока газа и др.), при которых обеспечивается максимально полное разделение присутствующих в пробе пестицидов.

Наилучшими по эффективности разделения, сроку службы и механической стойкости являются кварцевые капиллярные колонки внутренним диаметром от 0,20 до 0,35 мм и длиной от 10 до 60 м. В отдельных случаях могут быть полезны широкие колонки с внутренним диаметром от 0,5 до 0,8 мм.

Примеры распространённых неподвижных фаз:

* метилполисилоксан – эквивалент SE-30, OV-1, OV-101, DB-1, SPB-1, BP-1, HP-1, ULTRA-1, RTx-1, AT-1, CPSil-5 и др.
* метил 5 % фенилполисилоксан – эквивалент SE-54, OV-23, DB-5, SPB-5, BP-5, HP-5MS, ULTRA 2, RTx-5, CPSil-8, VF-5ms и др.
* метил 50 % фенилполисилоксан – эквивалент OV-17, DB-17, SPB-7, BP-10, HP-17, RTx-17, AT-50 и др.
* 6 % цианопропилфенил / 94 % метилполисилоксан – эквивалент DB-1301, RTx-1301, HP-1301 и др.
* метил 7 % цианопропил / 7 % фенилполисилоксан – эквивалент DB-1701, CPSil-19, RTx-1701, AT-1701, OV-1701, CP-SIL-19-CB, BP-10, SPB-7 и др.
* 50 % цианопропилфенил / 50 % диметилполисилоксан – эквивалент SP-2330, CP-Sil 43 CB, OV-225, Rtx-225, BP-225, 007-225 и др.
* полиэтиленгликоль – эквивалент DB-Wax, Supelcowax 10, Super-ox, CPWax-52, Stabilwax, BP-20, HP-20M, AT-Wax и др.

**4.2.3 Методы ввода пробы**

Возможны различные методы ввода пробы, включая:

* ввод в режиме деления/без деления потока (split/splitless);
* ввод с программируемой температурой испарителя (PTV).

Применимость конкретного метода определяется типом оборудования и специальными требованиями.

**4.2.4 Определение с применением ГХ**

Измерения могут выполняться с использованием различных колонок, приборов, параметров регистрации и типов ГХ-детекторов. Наиболее широко применяются селективные детекторы: электронозахватный (ECD), азотно-фосфорный (NPD), пламенно-фотометрический (FPD). В настоящее время газовая хроматография чаще всего используется в сочетании с масс-спектрометрией одного или двух ступеней (МС или МС/МС).

При использовании масс-спектрометра возможно более селективное определение, так как осуществляется мониторинг интенсивности заранее отобранных ионов (режим SIM) либо полная регистрация масс-спектра с последующей реконструкцией ионных хроматограмм. Как правило, используется электронная ионизация (EI) с энергией 70 эВ. Для ряда соединений предпочтительно применение химической ионизации (положительной или отрицательной), обеспечивающей лучшую селективность и чувствительность.

Наивысшая селективность достигается при использовании тандемной масс-спектрометрии (МС/МС), позволяющей сначала отобрать интенсивные ионы с помощью первого фильтра масс, а затем проанализировать продукты их фрагментации вторым фильтром масс.

# Жидкостная хроматография с тандемной масс-спектрометрической детекцией (ЖХ-МС/МС)

**4.3.1 Общие положения**

Измерения могут проводиться с использованием различных приборов, параметров и колонок для хроматографии. Примеры параметров и колонок приведены в приложении C.

ЖХ-МС/МС анализ требует детальной настройки параметров для каждого аналитического вещества. Несмотря на наличие рекомендованных условий измерений (см. CEN/TR 15641:2007 [4]), индивидуальная оптимизация параметров на конкретном приборе, используемом в лаборатории, обеспечивает более высокую чувствительность.

Практика показывает, что эквивалентные результаты могут быть достигнуты при использовании различных условий ЖХ-МС/МС и различных моделей приборов. Стандартизация параметров ЖХ-МС/МС не гарантирует одинаковое качество полученных данных.

**4.3.2 Колонки для ЖХ**

Для эффективного разделения пестицидов рекомендуется использовать колонки с обращённой фазой (RP). Применяются различные размеры колонок. Наилучшие результаты по эффективности разделения, сроку службы и механическим характеристикам показали колонки диаметром 2,1 мм и длиной 150 мм. Также широко применяются укороченные колонки размером (50,0 × 2,1) мм, обеспечивающие достаточную эффективность.

При необходимости повышения скорости анализа или улучшения разделения можно использовать колонки сверхвысокоэффективной жидкостной хроматографии (UPLC). Для анализа полярных пестицидов рекомендуется применение модифицированных RP-колонок, обеспечивающих лучшую удерживаемость веществ. Примеры подходящих колонок приведены в приложении C.

**4.3.3 Определение методом ЖХ-МС/МС**

Измерения могут проводиться с использованием различных колонок, приборов и параметров регистрации. Для ионизации разделённых компонентов чаще всего применяются источники электроспрей-ионизации (ESI), также возможно использование ионизации при атмосферном давлении – химической (APCI) или фото-ионизации (APPI), которые для отдельных веществ могут обеспечивать лучшие характеристики анализа. Подробная информация о параметрах и колонках – в приложении C.

В методе ЖХ-МС/МС предварительно выбранные ионы-предшественники (прекурсоры) выделяются первым масс-фильтром, после чего подвергаются фрагментации в коллизионной камере. Затем продукты фрагментации (характерные ионы) регистрируются вторым масс-фильтром.

# Методы подтверждения результатов

# Общие положения

Отрицательные результаты (содержание ниже предела отчётности) могут считаться подтверждёнными при условии, что восстановление (выхлоп) вещества и отклик на нижнем уровне калибровки соответствуют допустимым требованиям.

Положительные результаты (содержание на уровне или выше предела отчётности) обычно требуют дополнительного подтверждения. Подтверждение также обязательно, если предполагается превышение максимально допустимого уровня остатков (MRL).

Следует учитывать, что многие аспекты процедуры подтверждения совпадают с критериями идентификации, изложенными в разделе 4.1.1.

# Подтверждение результатов ГХ с использованием селективных детекторов

Если предполагаемое вещество фиксируется с соответствующим временем удерживания на двух колонках при использовании детекторов ECD, NPD или FPD, рекомендуется подтверждать такие результаты с помощью масс-спектрометрии.

Исключение составляют часто обнаруживаемые остатки пестицидов, ранее многократно подтверждённые. По возможности, результаты газовой хроматографии должны подтверждаться методом ЖХ-МС/МС.

# Подтверждение результатов с использованием масс-спектрометрии (МС или МС/МС)

Результаты, полученные с использованием масс-спектрометрии (МС), обеспечивают наиболее надёжное подтверждение/идентификацию вещества и являются предпочтительным методом подтверждающего анализа.

Подтверждение с помощью масс-спектрометрии в режиме регистрации выбранных ионов (SIM) основано на корректном выборе диагностических ионов. Диагностическим ионом, при наличии, должен выступать (квази)молекулярный ион. В качестве альтернативы может быть зарегистрирован полный масс-спектр (после вычитания фонового сигнала) и сопоставлен со спектрами из библиотек, при условии, что сигнал анализируемого вещества имеет достаточную интенсивность. В случае расхождения спектра с библиотечным следует провести регистрацию спектра эталонного образца на том же приборе.

Использование различных режимов ионизации (например, электронный удар, химическая ионизация), тандемной масс-спектрометрии (МС/МС), а также масс-спектрометрии высокого разрешения (HRMS) в сочетании с ГХ или ЖХ может значительно повысить достоверность подтверждения.

Дополнительную информацию о критериях подтверждения см. в источнике [1].

# Приложение А

*(информационное)*

**Обычные условия проведения газохроматографического определения**

**A.1 Условия работы – Вариант 1**

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка DB-5[[1]](#footnote-1)1) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм). |
| Температура колонки: | Программа – 2 мин изотермически при температуре 110 °C, со скоростью 6 °С/мин от 110 °C до 245 °C, 2 мин изотермически при 245 °C. |
| Детектор: | детектор электронного захвата, температура 350 °C. |
| Инжектор: | программируемый инжектор (PTV). |
| Программа инжектора (PTV): | минус 0,15 мин открыто деление потока;  минус 0,10 мин температура 40 °C;  0,20 мин закрыто деление потока;  0,25 мин температура 250 °C;  2,00 мин открыто деление потока;  4,00 мин температура 40 °C. |
| Скорость потока сброса: | 50 см3/мин. |

**A.2 Условия работы – Вариант 2**

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка DB-1701[[2]](#footnote-2)2) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,53 мм; толщина плёнки 1,0 мкм). |
| Температура колонки: | Программа – 1 мин изотермически при температуре 80 °C, со скоростью 30 °С/мин от 80 °C до 150 °C, 5 °С/мин от 150 °C до 280 °C. |
| Детектор: | детектор электронного захвата, температура 280 °C. |
| Инжектор: | программируемый инжектор (PTV). |
| Программа инжектора (PTV): | минус 0,15 мин открыто деление потока;  минус 0,10 мин температура 40 °C;  0,20 мин закрыто деление потока;  0,25 мин температура 250 °C;  2,00 мин открыто деление потока;  4,00 мин температура 40 °C. |
| Скорость потока сброса: | 50 см3/мин. |

**A.3 Условия работы – Вариант 3**

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка DB-1[[3]](#footnote-3)1) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм). |
| Температура колонки: | Программа – нагрев со скоростью 50 °С/мин при температуре от 50 °С до 150 °С и 10 °С/мин от 150 °C до 250 °C. |
| Детектор: | азотно-фосфорный детектор, температура 275 °C. |
| Инжектор: | температура 250 °C. |
| Скорость потока сброса: | без деления потока. |

**A.4 Условия работы – Вариант 4**

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка HP-5MS[[4]](#footnote-4)2) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм). |
| Температура колонки: | Программа – изотермически при 70 °C – 2 мин, затем повышение температуры: 25 °C/мин от 70 °C до 170 °C, 3 °C/мин от 170 °C до 210 °C, 3 °C/мин от 210 °C до 290 °C. |
| Детектор: | Масс-селективный детектор MSD 5973N inert, температура линии переноса: 280 °C, задержка растворителя: 4,0 мин, диапазон масс: от 50 до 460 а.е.м., порог: 150, температура квадруполя: 150 °C, температура ионного источника: 230 °C, ионизация: электронный удар (EI), 70 эВ. |
| Инжектор: | Температура 240 °C, импульсный режим без разделения потока.  Давление импульса: 200 кПа.  Время импульса: 1,0 мин. |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянный поток 1,0 см3/мин (начальное давление 60,8 кПа). |

# Приложение В

*(информационное)*

**Типовые условия работы ГХ-МС/МС**

**В.1 Условия работы – Вариант 1**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор: | Thermo; TSQ Quantum XLS, Trace GC Ultra с PTV и системой обратной продувки (Backflush). |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка VF-5ms[[5]](#footnote-5)1) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм; предусилительная колонка длиной 2 м, диаметр 0,32 мм, без покрытия). |
| Температура колонки: | Программа – 50 °C – изотермически 0,6 мин,  затем 15 °C/мин до 180 °C – изотермически 1 мин,  затем 7 °C/мин до 230 °C,  затем 3 °C/мин до 280 °C – изотермически 10 мин. |
| Обратная продувка: | Между предусилительной и аналитической колонкой (см. программу PTV). |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянный поток 1,2 мм3/мин. |
| Инжектор: | Инжектор с программируемым нагревом (PTV). |
| Инжекция: | 2 мм3 (MeCN), разделение растворителя в режиме PTV. |

**Таблица В.1 – Программа PTV (Условия работы 1)**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Этап | Температура | Время | Поток разделения |
| Инжекция | 50 °C | 0,2 мин | 100 мм3/мин |
| Испарение | 50 °C | 0,6 мин | 100 мм3/мин |
| Перенос | 14,5 °C/с до 250 °C | 12,1 мин | — |
| Реальный перенос | — | 2 мин | без разделения |
| Первая очистка | — | 10,1 мин | 20 мм3/мин |
| Очистка (Backflush) | 14,5 °C/с до 280 °C | 31 мин | 50 мм3/мин |

|  |  |
| --- | --- |
| Температура линии переноса: | 250 °С. |
| Детектор: | Тандемный масс-селективный детектор (EI-MSMS), ионизация 70 эВ, температура источника 250 °C. |
| Разрешающая способность Q1: | 0,7 а.е.м. |
| Разрешающая способность Q3: | 0,7 а.е.м. |
| Давление коллизионного газа: | 1,0 мторр (Q2, аргон). |

**В.2 Условия работы – Вариант 2**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор: | Agilent GC 7890; система тандемной масс-спектрометрии 7000 A MС/MС. |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка DB-5ms Ultra Inert[[6]](#footnote-6)1) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм). |
| Температура колонки: | Программа – 70 °C – изотермически 2,0 мин,  затем 25 °C/мин до 150 °C,  без выдержки,  затем 3 °C/мин до 200 °C,  затем 8 °C/мин до 280 °C – изотермически 15 мин. |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянное давление.  Давление фиксировано при RT (время удерживания) 16,54 мин для хлорпирифос-метила. |
| Инжектор: | режим деления/без деления потока. |
| Инжекция: | 1 мм3, без деления. |
| Температура линии переноса: | 280 °C. |
| Детектор | EI-MSMS, электронный удар 70 эВ, температура источника 280 °C |
| Разрешающая способность Q1: | 0,7 а.е.м. |
| Разрешающая способность Q3: | 0,7 а.е.м. |
| Газы коллизионной ячейки: | Азот: 1,5 см3/мин.  Гелий: 2,25 см3/мин. |

**В.3 Условия работы – Вариант 3**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор: | Waters Quatro Micro GC; газовый хроматограф Agilent 6890N, инжектор Gerstel CIS4. |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка HP-5 MS (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм; предусилительная колонка 3 м, диаметр 0,2 мм, деактивированная, без покрытия). |
| Температура колонки: | Программа – 60 °C – изотермически 1,52 мин,  затем 20 °C/мин до 130 °C,  затем 4 °C/мин до 280 °C – изотермически 6 мин. |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянный поток 1,2 мм3/мин. |
| Инжектор: | Инжектор с программируемым нагревом (PTV). |
| Инжекция: | от 5 до 10 мм3, режим отвода растворителя. |

**Таблица В.2 – Программа PTV (Условия работы 3)**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Программа PTV** |  |  |  |
| **Начальная температура** | **20 °C** | **Время удержания** | **0,45 мин** |
| **Скорость нагрева** | **720 °C/мин** |  |  |
| **Конечная температура** | **280 °C** | **Время удержания** | **5 мин** |
| **Время отвода растворителя** | **0,6 мин** | **Поток отвода** | **20** мм3**/мин** |
| **Время продувки** | **2 мин** | **Поток продувки** | **20** мм3**/мин** |

|  |  |
| --- | --- |
| Температура линии переноса: | 280 °С. |
| Детектор: | EI-MSMS (QqQ), электронный удар 70 эВ, температура источника 230 °C. |
| Разрешающая способность Q1: | 1,0 а.е.м. |
| Разрешающая способность Q3: | 1,0 а.е.м. |
| Давление коллизионного газа: | 1,0 мторр. |
| Время сканирования | от 0,2 до 0,5 с/скан. |

**В.4 Условия работы – Вариант 4**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор: | Waters Quatro Micro GC; газовый хроматограф Agilent 6890N, инжектор Gerstel CIS4. |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка Restek Rxi®-5Sil MS[[7]](#footnote-7)1) (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм; толщина плёнки 0,25 мкм; предусилительная колонка 10 м, диаметр 0,25 мм, без покрытия). |
| Температура колонки: | Программа – 40 °C – изотермически 2 мин,  затем 30 °C/мин до 220 °C,  затем 5 °C/мин до 260 °C,  затем 20 °C/мин до 280 °C – изотермически 15 мин. |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянный поток 2 мм3/мин. |
| Инжектор: | Инжектор с программируемым нагревом (PTV). |
| Инжекция: | 3 мм3 (MeCN), режим отвода растворителя. |

**Таблица В.3 – Программа PTV (Условия работы 3)**

|  |  |
| --- | --- |
| Параметр | Условие |
| Деление потока | 0 мин – клапан открыт, поток 50 мм3/мин |
|  | От 0 до 0,5 мин – клапан открыт, поток 20 мм3/мин |
|  | От 0,5 до 2 мин – клапан закрыт |
|  | От 2 до 6 мин – клапан открыт, поток 50 мм3/мин |
|  | 6 мин – клапан открыт, поток 20 мм3/мин (режим экономии газа) |
| Температурная программа | От 0 до 0,8 мин – 50 °C |
|  | далее: нагрев 12 °C/с до 280 °C, выдержка 15 мин |

|  |  |
| --- | --- |
| Температура линии переноса: | 260 °С. |
| Детектор: | EI-MSMS (QqQ), 70 эВ, температура источника 200 °C. |
| Разрешающая способность Q1: | 0,7 а.е.м. |
| Разрешающая способность Q3: | 0,7 а.е.м. |
| Давление коллизионного газа: | 2,3 мторр. |

**В.5 Условия работы – Вариант 5**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор: | Varian 1200 Quadrupole MС/MС; газовый хроматограф Varian CP-3800. |
| Колонка: | Капиллярная кварцевая колонка FactorFour™ VF-5ms с EZ-Guard™[[8]](#footnote-8)1) (длина 30 с интегрированной 10 м неизолированной предколонкой, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина неподвижной фазы – 0,25 мкм.). |
| Температура колонки: | Программа – 90 °C – изотермически 1,0 мин,  затем 30 °C/мин до 180 °C, выдержка 0,50 мин,  затем 5 °C/мин до 280 °C – изотермически 5,5 мин,  постпрогон: 320 °C – изотермически 10 мин. |
| Газ-носитель: | Гелий, постоянный поток 1,0 мм3/мин. |
| Инжектор: | Varian 1079, инжектор с программируемым температурным контролем (PTV). |
| Инжекция: | 2 мм3. |

**Таблица В.4 – Программа PTV (Условия работы 5)**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Программа PTV** |  |  |  |
| **Начальная температура** | **170 °C** | **Время удержания** | **0,1 мин** |
| **Скорость нагрева** | **180 °C/мин** |  |  |
| **Конечная температура** | **280 °C** | **Время удержания** | **40 мин** |
| **Время продувки** | **1 мин** | **Поток продувки** | **50** мм3**/мин** |

|  |  |
| --- | --- |
| Температура линии переноса: | 310 °С. |
| Детектор: | EI-MSMS, электронный удар 70 эВ, температура источника 250 °C. |
| Разрешающая способность Q1: | 0,7 а.е.м. |
| Разрешающая способность Q3: | 0,7 а.е.м. |
| Давление коллизионного газа: | 1,4 бар Аргон. |
| Время сканирования | 0,5 с/скан (время цикла). |

# Приложение С

*(информационное)*

**Типовые условия работы жидкостной хроматографии (ЖХ)**

**C.1 ЖХ-система 1**

Для большинства соединений, пригодных для анализа методом ЖХ:

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Zorbax XDB C18, длина 150 мм, внутренний диаметр 2,1 мм, размер частиц 3,5 мкм. |
| Мобильная фаза A1: | Раствор аммонийного формата в воде, *c* = 5 ммоль/дм3. |
| Мобильная фаза B1: | Раствор аммонийного формата в метаноле, *c* = 5 ммоль/дм3. |
| Температура колонки: | 40 °C. |
| Объем инъекции: | 5 мм3. |

**Таблица С.1 –** **Расход жидкости и градиент элюирования**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Время (мин) | Расход (мм3/мин) | Мобильная фаза A1 (%) | Мобильная фаза B1 (%) |
| 0 | 300 | 50 | 50 |
| 20 | 300 | 0 | 100 |
| 25 | 300 | 0 | 100 |
| 26 | 300 | 50 | 50 |
| 30 | 300 | 50 | 50 |

**C.2 ЖХ-система 2**

Для кислотных соединений:

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка: | Zorbax XDB C18[[9]](#footnote-9)1), длина 150 мм, внутренний диаметр 2,1 мм, размер частиц 3,5 мкм. |
| Мобильная фаза A2: | Раствор уксусной кислоты в воде, ρ = 0,1 см3 уксусной кислоты (глазурь)/дм3. |
| Мобильная фаза B2: | Раствор уксусной кислоты в ацетонитриле, ρ = 0,1 см3 уксусной кислоты (глазурь)/дм3. |
| Температура колонки: | 40 °C. |
| Объем инъекции: | 5 мм3. |

**Таблица С.2 –** **Расход жидкости и градиент элюирования**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Время (мин) | Расход (мм3/мин) | Мобильная фаза A2 (%) | Мобильная фаза B2 (%) |
| 0 | 300 | 80 | 20 |
| 20 | 300 | 0 | 100 |
| 22 | 300 | 0 | 100 |
| 22,1 | 300 | 80 | 20 |
| 30 | 300 | 80 | 20 |

**C.3 ЖХ-система 3**

Для большинства соединений, пригодных для анализа методом ЖХ:

|  |  |
| --- | --- |
| Насос ЖХ: | HP1100 Binary Pump (G1312A). |
| Автосэмплер: | HP1100 (G1313A). |
| Программа инжектора: | 5 мм3 мобильной фазы A3, 1 мм3 образца  Промыть иглу ацетонитрилом, затем 2 мм3 мобильной фазы A3, 1 мм3 образца  Промыть иглу ацетонитрилом, затем 2 мм3 мобильной фазы A3, 1 мм3 образца  Промыть иглу ацетонитрилом, затем 2 мм3 мобильной фазы A3, 1 мм3 образца  Промыть иглу ацетонитрилом, затем 5 мм3 мобильной фазы A3 |
| Колонка: | Phenomenex Aqua 5 мкм C18[[10]](#footnote-10)1) 125A, 50 мм × 2 мм |
| Мобильная фаза A3: | метанол/вода в объемном отношении 2:8 (об./об.) с 5 ммоль/дм3 аммонийного формата. |
| Мобильная фаза B3: | метанол/вода в объемном отношении 9:1 (об./об.) с 5 ммоль/дм3 аммонийного формата. |
| Температура колонки: | 20 °C. |

**Таблица С.3 –** **Расход жидкости и градиент элюирования**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Время (мин) | Расход (мм3/мин) | Мобильная фаза A3 (%) | Мобильная фаза B3 (%) |
| 0 | 200 | 100 | 0 |
| 11 | 200 | 0 | 100 |
| 23 | 200 | 0 | 100 |
| 25 | 200 | 100 | 0 |
| 33 | 200 | 100 | 0 |

**C.4 UPLC-система 1**

Для большинства соединений, пригодных для анализа методом ЖХ:

|  |  |
| --- | --- |
| ЖХ-система: | Waters Aquity UPLC. |
| Колонка: | Waters HSS T3[[11]](#footnote-11)1), 1,8 мкм, 2,1 мм × 150 мм. |
| Объем инъекции: | 2 мм3 |
| Мобильная фаза A: | метанол/вода в объемном отношении 1:20 (об./об.) с 5 ммоль/дм3 ацетата аммония. |
| Мобильная фаза B: | метанол. |
| Температура колонки: | 60 °C. |

**Таблица С.4 –** **Расход жидкости и градиент элюирования**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Время (мин) | Расход (мм3/мин) | Мобильная фаза A (%) | Мобильная фаза B (%) |
| 0 | 450 | 100 | 0 |
| 0,2 | 450 | 100 | 0 |
| 10,90 | 450 | 1 | 99 |
| 11,90 | 450 | 1 | 99 |
| 12,00 | 450 | 0,1 | 99,9 |
| 14,00 | 450 | 0,1 | 99,9 |
| 14,10 | 450 | 100 | 0 |
| 16,00 | 450 | 100 | 0 |

**C.5 MС/MС система 1**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор МС/МС: | Applied Biosystems API 2000. |
| [Источник ионизации](https://www.multitran.com/m.exe?s=%D0%B8%D1%81%D1%82%D0%BE%D1%87%D0%BD%D0%B8%D0%BA+%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%B8%D0%B7%D0%B0%D1%86%D0%B8%D0%B8&l1=2&l2=1): | Электроспрейная ионизация (ESI). |

**Таблица С.5 –** **Источник и общие параметры ионизации**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Параметр | Значения | Параметр | Значения |
| Газ для заслонки | азот, 2,41 бар (35 psi) | Температура газа 2 | 400 °C |
| Газ для коллизий | азот, 2 единицы | Разрешающая способность MС1 | единица |
| Напряжение ионизации | 5500 В | Разрешающая способность MС2 | единица |
| Газ 1 | азот, 4,14 бар (60 psi) | Время выдержки | 25 мс |
| Газ 2 | азот, 4,14 бар (60 psi) | Потенциал фокусировки | 360 В |

**C.6 MС/MС система 1**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор МС/МС: | Micromass Quattro LC. |
| [Источник ионизации](https://www.multitran.com/m.exe?s=%D0%B8%D1%81%D1%82%D0%BE%D1%87%D0%BD%D0%B8%D0%BA+%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%B8%D0%B7%D0%B0%D1%86%D0%B8%D0%B8&l1=2&l2=1): | Электроспрей. |

**Таблица С.6 –** **Источник и общие параметры ионизации**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Параметр | Значения | Параметр | Значения |
| Поток газа-небулайзера | азот, 93 дм3/ч | Разрешение MС1 LM | 14,7 |
| Поток газа десорбции | азот, 552 дм3/ч | Разрешение MС1 HM | 14,7 |
| Температура десорбции | 350 °C | Разрешение MС2 LM | 14,7 |
| Напряжение капилляра | 3500 В | Разрешение MС2 HM | 14,7 |
| Давление в газовой ячейке | (9,2 × 10-4) мбар | Потенциал фокусировки | 360 В |

**C.7 MС/MС система 3**

|  |  |
| --- | --- |
| Прибор МС/МС: | Applied Biosystems API 5500. |
| [Источник ионизации](https://www.multitran.com/m.exe?s=%D0%B8%D1%81%D1%82%D0%BE%D1%87%D0%BD%D0%B8%D0%BA+%D0%B8%D0%BE%D0%BD%D0%B8%D0%B7%D0%B0%D1%86%D0%B8%D0%B8&l1=2&l2=1): | Электроспрейная ионизация (ESI). |

**Таблица С.6 –** **Источник и общие параметры ионизации**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Параметр | Значения | Параметр | Значения |
| Газ для заслонки | азот, 2,76 бар (40 psi) | Температура газа 2 | 400 °C |
| Газ для коллизий | азот, 8 единиц | Напряжение ионизации | 5500 В |
| Газ 1 | воздух, 2,76 бар (40 psi) | Время выдержки | переменное |
| Газ 2 | воздух, 3,45 бар (50 psi) |  |  |

# Библиография

[1] European Commission, DG Health and Consumers: «Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residue Analysis in Food and Feed»; Document No. SANCO/12495/2011; implemented by 01/01/2012 (This document will be periodically updated. Please refer to more recent version at: <http://ec.europa.eu/food/plant/protection/pesticides/publications_en.htm>) (Европейская комиссия, DG Здравоохранения и Потребителей: «Методическая валидация и процедуры контроля качества для анализа остатков пестицидов в пище и кормах»; Документ № SANCO/12495/2011; введен в действие с 01.01.2012 (Этот документ будет периодически обновляться. Пожалуйста, ознакомьтесь с более актуальной версией по адресу: <http://ec.europa.eu/food/plant/protection/pesticides/publications_en.htm>).

[2] CEN/TR 16468 Food analysis – Determination of pesticide residues by GC-MS – Retention times, mass spectrometric parameters and detector response information (Анализ пищи – Определение остатков пестицидов методом ГХ-МС – Время удерживания, параметры масс-спектрометрии и информация о реакции детектора).

[3] Fpr CEN/TR 16699 Foodstuffs – Determination of pesticide residues by GC-MS/MS – Tandem mass spectrometric parameters (Продукты питания – Определение остатков пестицидов методом ГХ-МС/МС – Параметры тандемной масс-спектрометрии).

[4] CEN/TR 15641:2007 Food analysis – Determination of pesticide residues by LC-MS/MS – Tandem mass spectrometric parameters (Анализ пищи – Определение остатков пестицидов методом ЛС-МС/МС – Параметры тандемной масс-спектрометрии).

[5] EN 12393-1:2013 Foods of plant origin — Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 1: General considerations (Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 1. Общие положения).

[6] EN 12393-2 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 2: Methods for extraction and clean-up (Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 2. Методы экстракции и очистки).

# Приложение В.А

*(информационное)*

**Сведения о соответствии стандартов ссылочным международным стандартам**

Сведения о соответствии стандартов ссылочным международным, региональным стандартам, стандартам иностранного государства приведены в таблице В.А.1.

**Таблица В.А.1 –** **Сведения о соответствии стандартов ссылочным**

**региональным стандартам**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Обозначение и наименование регионального стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование национального стандарта, межгосударственного стандарта |
| EN 12393-1:2013 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 1: General considerations (Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 1. Общие положения). | IDT | СТ РК EN 12393-1\* Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 1. Общие положения |
| EN 12393-2:2013 Foods of plant origin – Multiresidue methods for the determination of pesticide residues by GC or LC-MS/MS – Part 2: Methods for extraction and clean-up (Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 2. Методы экстракции и очистки) | IDT | СТ РК EN 12393-2\* Продукты питания растительного происхождения. Мультиметоды для определения остатков пестицидов с помощью ГХ или ЖХ-МС/МС. Часть 2. Методы экстракции и очистки |
| \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_  \*Подлежит публикации. | | |

**МКС 67.050, 07.100 (IDT)**

**Ключевые слова:** продукты питания, продукты растительного происхождения, пестициды, определение остатков пестицидов, газовая хроматография, жидкостная хроматография, определение результатов, подтверждение результатов

**МКС 67.050, 07.100 (IDT)**

**Ключевые слова:** продукты питания, продукты растительного происхождения, пестициды, определение остатков пестицидов, газовая хроматография, жидкостная хроматография, определение результатов, подтверждение результатов

РАЗРАБОТЧИК:

ТОО «Kazakhstan Business Solution»

Директор

ТОО «Kazakhstan Business Solution» А. Ибраева

Эксперт

ТОО «Kazakhstan Business Solution» К. Жимаилова

1. 1) DB-5 – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метилфенилполисилоксана (5 % фенильной группы). Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-1)
2. 2) DB-1701 – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метилцианопропилфенилполисилоксана (7 % цианопропильных и 7 % фенильных групп). Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-2)
3. 1) DB-1 – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метил полисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-3)
4. 2) HP-5MS – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метил 5 % фенил полисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-4)
5. 1) DB-5 – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метилфенилполисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-5)
6. 1) DB-5ms Ultra Inert – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метил 5 % фенил полисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-6)
7. 1) Restek Rxi®-5Sil MS – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метил 5 % фенил полисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-7)
8. 1) FactorFour™ VF-5ms с EZ-Guard™ – это капиллярная колонка для газовой хроматографии с неподвижной фазой на основе метил 5 % фенил полисилоксана. Для эквивалентных колонок см. 4.2.2. [↑](#footnote-ref-8)
9. 1) Zorbax XDB C18 – колонка для ВЭЖХ с обращённой фазой, содержащая привитую фазу C18. Допускается использование эквивалентных колонок с фазой C18. [↑](#footnote-ref-9)
10. 1) Phenomenex Aqua 5 мкм C18 – колонка для ВЭЖХ с обращённой фазой и полярным эндкепингом, содержащая привитую фазу C18. Допускается использование эквивалентных колонок с полярным эндкепингом C18. [↑](#footnote-ref-10)
11. 1) Waters HSS T3 – универсальная кремнийсодержащая колонка для ВЭЖХ с привитой фазой C18, совместимая со 100 % водной подвижной фазой. Допускается использование эквивалентных C18-колонок с аналогичным размером частиц. [↑](#footnote-ref-11)