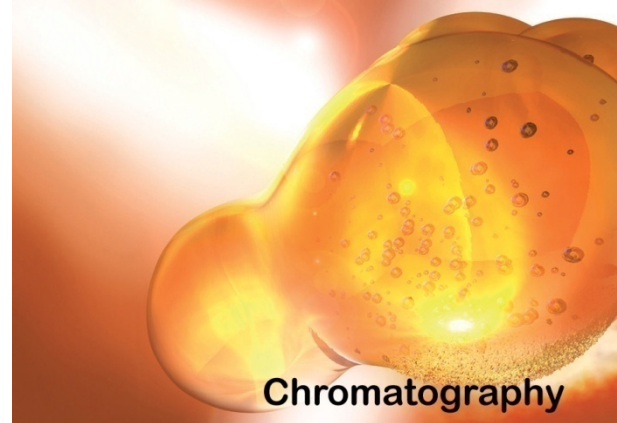


# Application Note

## Определение остаточных количеств пестицидов в пищевых продуктах методом газовой хромато-масс-спектрометрии



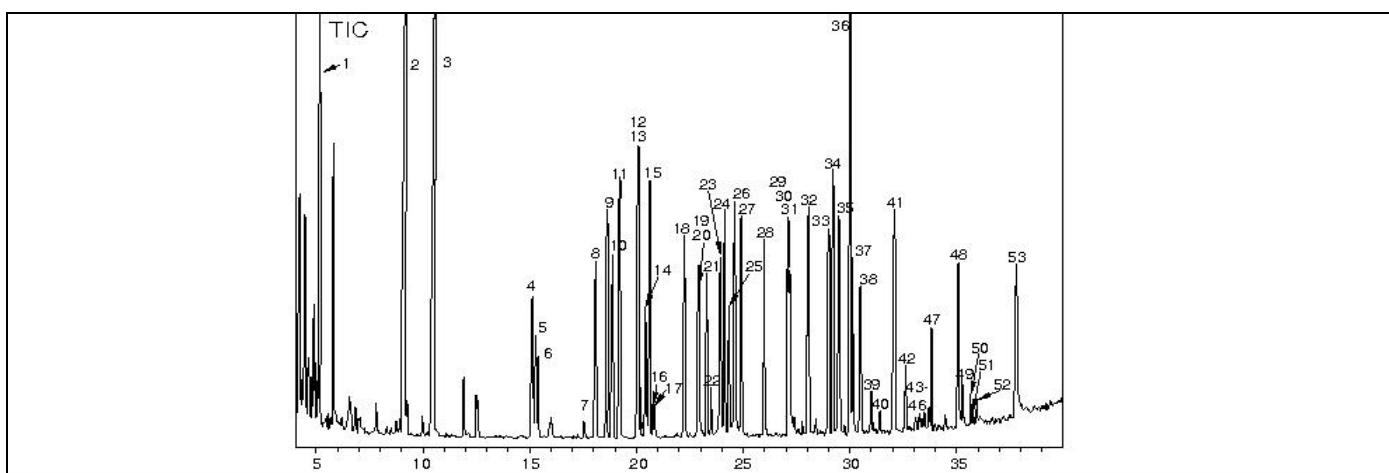
Ниже приведен пример определения остаточных количеств пестицидов в соответствии с нормативами, действующими в настоящий момент в Японии. Концентрация каждого из пестицидов составляла 1 ppm.

**Таб. 1.** Анализируемые компоненты

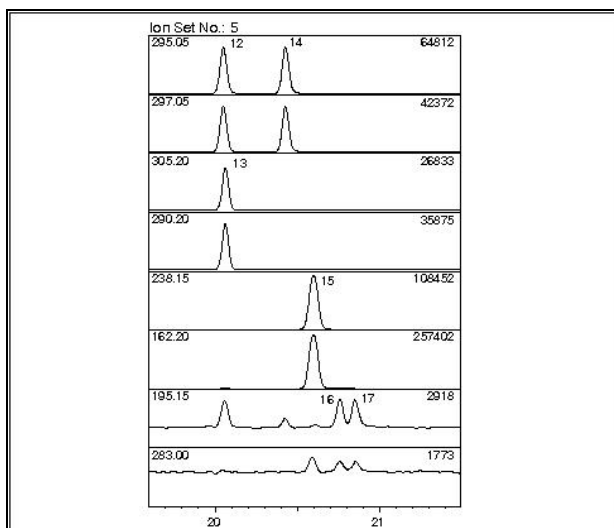
№ пика	Компонент		SIM		№ пика	Компонент	SIM	
1	DCIP	121.05	77.05	123.05	28	Lenacil	153.15	234.20
2	EPTC	128.20	189.10		29	Thenylchlor	288.25	127.15
3	Butylate	156.20	217.10		30	Acetamiprid	152.15	221.00
4	Cadusafos	159.00	270.25		31	Tebuconazole	250.15	125.10
5	Trifluralin	306.10	264.05		32	Pyributicarb	181.15	165.15
6	Thiometon	125.05	88.10	246.20	33	Bifenthrin	181.20	166.20
7	Nitenpyram	236.05	169.05		34	Tebufenpyrad	333.30	318.25
8	Tefluthrin	197.10	177.10		35	Furametpyr	298.30	157.10
9	Dimethenamid	230.10	154.15		36	Pyriproxyfen	136.20	226.20
10	Tolclophos-methyl	265.05	267.05		37	Cyhalofop-butyl	357.30	256.20
11	Alaenrol	188.15	160.20		38	Fenarimol	330.10	139.10
12	Dimethylvinphos(E)	295.05	297.05		39	Pyraclifos	360.05	194.10
13	Pirimifos-methyl	305.20	290.20		40	Acrinathrin	181.15	289.10
14	Dimethylvinphos(Z)	295.05	297.05		41	Pyridaben	147.20	364.10
15	Metolachlor	238.15	162.20		42	Cafenstrole	100.15	188.20
16	Fosthiazate	195.15	283.00		43	Cyfluthrin	163.15	226.00
17	Fosthiazate	195.15	283.00		44	Cyfluthrin	163.15	226.00
18	Isofenphos	213.15	255.10		45	Cyfluthrin	163.15	266.00
19	Paclobutrazol	236.15	125.10		46	Cyfluthrin	163.15	266.00
20	Tricyclazole	189.10	162.10		47	Halfenprox	265.10	183.10
21	Fludioxonil	248.15	182.05		48	Pyrimidifen	184.15	377.00
22	Butamifos	286.20	200.15		49	Fenvalerate	125.10	418.95
23	Myclobutanil	179.10	288.15		50	Fenvalerate	125.10	418.95
24	Difenoquat	234.20	189.10		51	Difenoconazole	323.15	265.10
25	Flusilazole	233.15	315.15		52	Difenoconazole	323.15	265.10
26	Cyproconazole	222.10	139.10		53	Imibenconazole	375.20	125.05
27	Chlorphenapyr	59.10	247.00					

## Условия анализа:

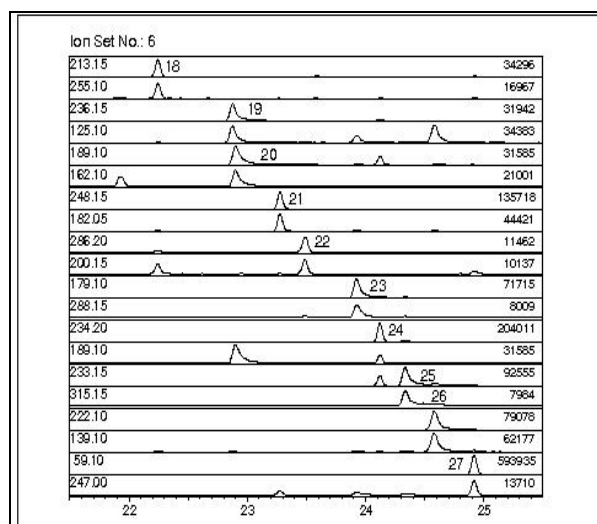
Прибор: Shimadzu GCMS-QP2010S  
Хроматографическая колонка: DB-1 (30 м (д) \* 0,25 мм (в.д.) \* 0,25 мкм (п.н.ф.))  
Температурная программа: 50°C (2 мин) – 120°C @ 20°C/мин – 300°C @ 5°C/мин (1,5 мин)  
Температура инжектора: 300°C  
Температура интерфейса: 300°C  
Газ-носитель: гелий, режим программирования давления на входе в колонку  
Давление газа-носителя: 250 кПа (1 мин) – 100 кПа (2 мин) – 220 кПа @ 3 кПа/мин  
Режим работы инжектора: с делением потока (2 с)  
Режим ионизации: электронный удар (EI)  
Диапазон регистрируемых масс: m/z 35 – 500  
Режим регистрации отдельного иона (SIM): 0,2 с



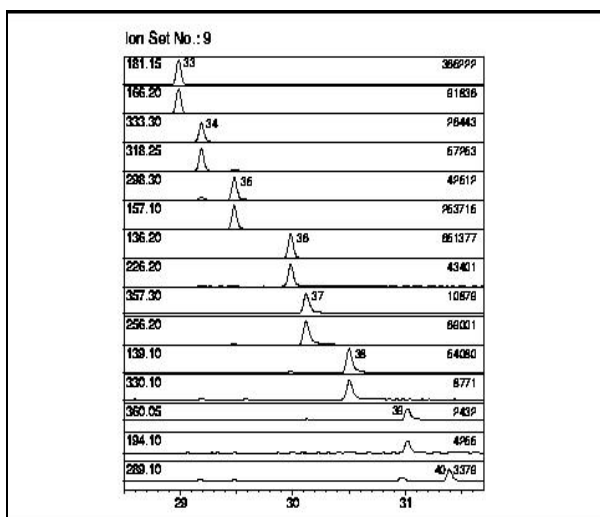
**Рис. 1.** Анализ пестицидов, хроматограмма в режиме измерения полного ионного тока.



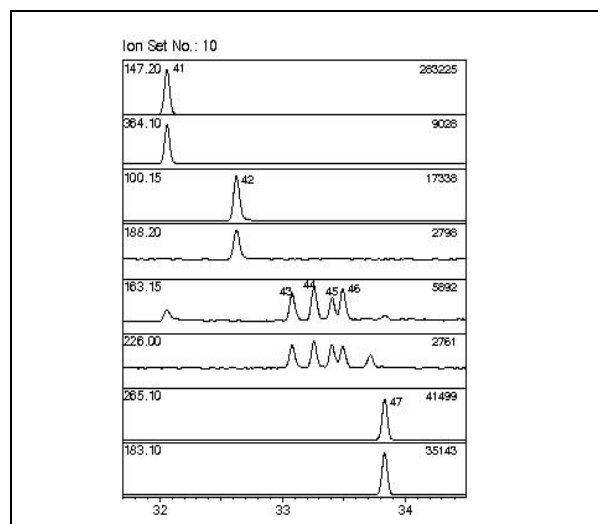
**Рис. 2.** Хроматограмма в режиме регистрации отдельного иона (набор ионов: 5)



**Рис. 3.** Хроматограмма в режиме регистрации отдельного иона (набор ионов: 6)



**Рис. 4.** Хроматограмма в режиме регистрации отдельного иона (набор ионов: 9)

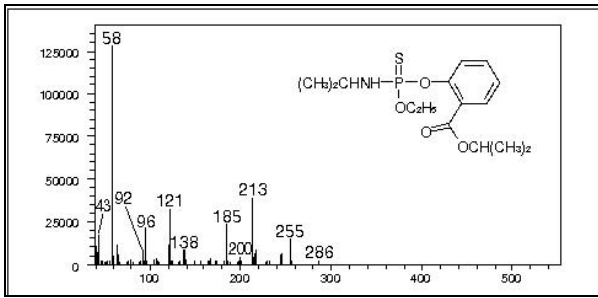


**Рис. 5.** Хроматограмма в режиме регистрации отдельного иона (набор ионов: 10)

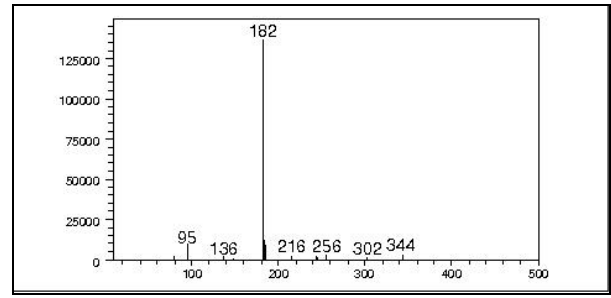
Далее приведены примеры определения остаточных количеств пестицидов с использованием режима отрицательной химической ионизации (NCI). Использование режима NCI позволяет проводить анализ ряда пестицидов с более высокой чувствительностью и селективностью по сравнению с режимом ионизации электронным ударом. Хотя отрицательная химическая ионизация особенно эффективна для анализа хлорорганических пестицидов, этот режим может быть также использован и для определения пестицидов, не содержащих хлор, например, изофенфоса и пирибутикарба. На рис. 6 - 17 представлены масс-спектры и хроматограммы в режиме регистрации отдельного иона (SIM) изофенфоса, пирибутикарба и фенвалерата (концентрация каждого - 10 ppb), полученные в режимах EI и NCI.

#### Условия анализа:

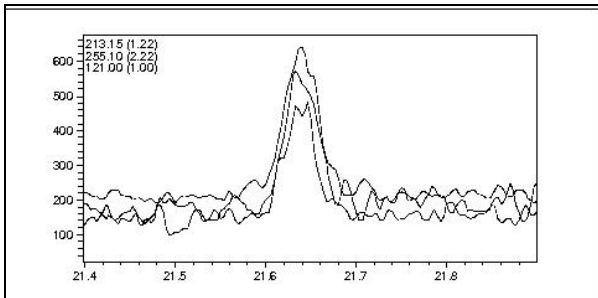
Прибор:	Shimadzu GCMS-QP2010Plus
Хроматографическая колонка:	DB-5 (30 м (д) * 0,25 мм (в.д.) * 0,25 мкм (п.н.ф.))
Температурная программа:	50°C (1 мин) – 100°C @ 20°C/мин – 300°C @ 5°C/мин (1,5 мин)
Температура инжектора:	300°C
Температура интерфейса:	300°C
Газ-носитель:	гелий, режим программирования давления на входе в колонку
Давление газа-носителя:	100 кПа (2 мин) – 220 кПа @ 3 кПа/мин (2 мин)
Режим работы инжектора:	с делением потока (2 с)
Режимы ионизации:	электронный удар (EI) и негативная химическая ионизация (NCI)
Диапазон регистрируемых масс:	EI: m/z 35 – 550; NCI: m/z 10 – 550
Газ-реагент в режиме NCI:	изобутан



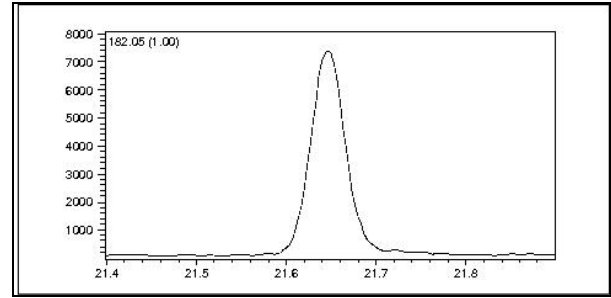
**Рис. 6.** Масс-спектр изофенфоса в режиме EI



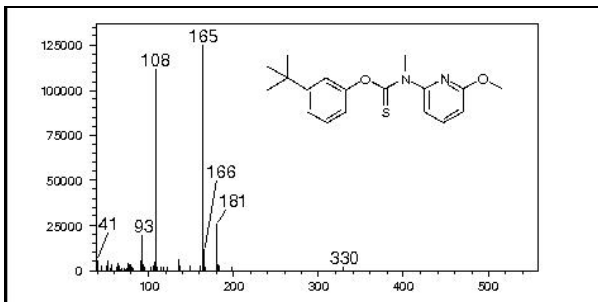
**Рис. 7.** Масс-спектр изофенфоса в режиме NCI



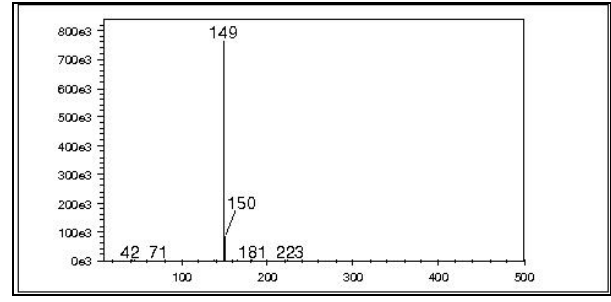
**Рис. 8.** Хроматограмма изофенфоса в режиме SIM (EI, 10 ppb)



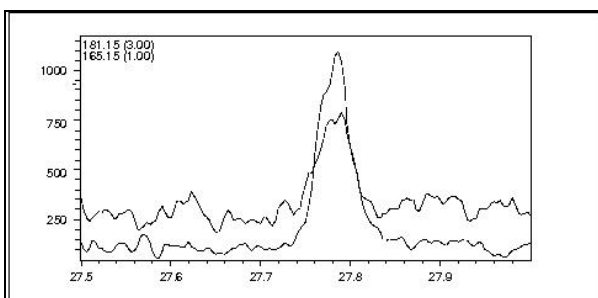
**Рис. 9.** Хроматограмма изофенфоса в режиме SIM (NCI, 10 ppb)



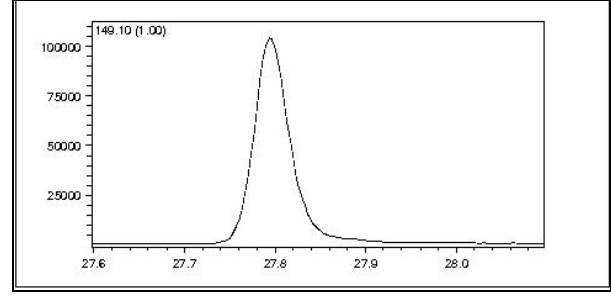
**Рис. 10.** Масс-спектр пирибутикарба в режиме EI



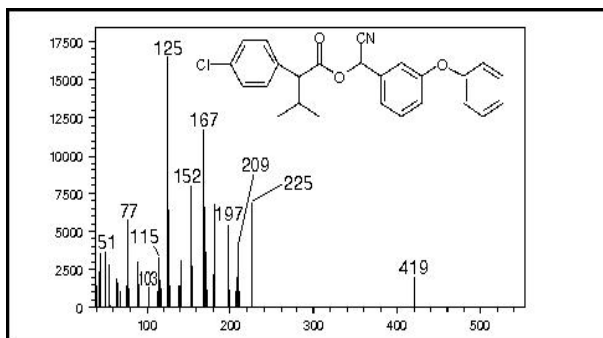
**Рис. 11.** Масс-спектр пирибутикарба в режиме NCI



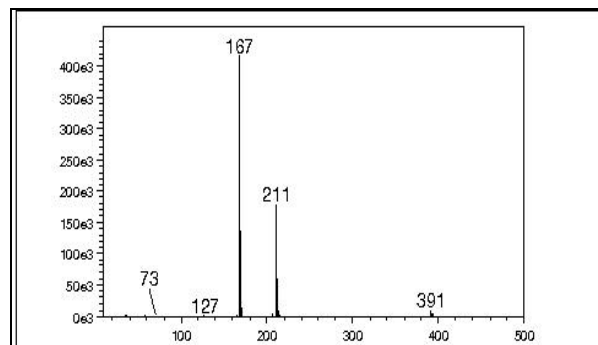
**Рис. 12.** Хроматограмма пирибутикарба в режиме SIM (EI, 10 ppb)



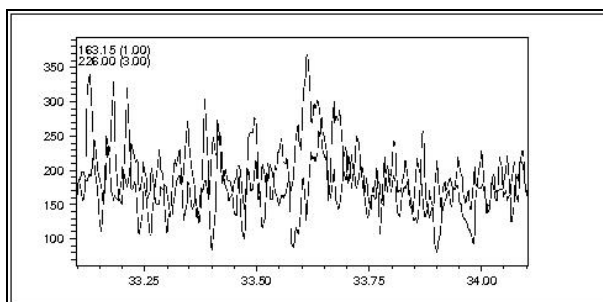
**Рис. 13.** Хроматограмма пирибутикарба в режиме SIM (NCI, 10 ppb)



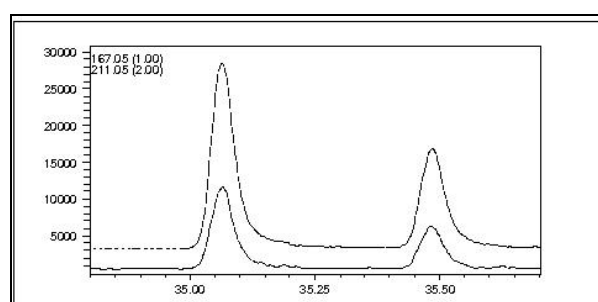
**Рис. 14.** Масс-спектр фенвалерата в режиме EI



**Рис. 15.** Масс-спектр фенвалерата в режиме NCI



**Рис. 16.** Хроматограмма фенвалерата в режиме SIM (EI, 10 ppb)



**Рис. 17.** Хроматограмма фенвалерата в режиме SIM (NCI, 10 ppb)