

1,5 мл полученного фильтрата переносят в хроматографическую вials, содержащую 15 мкл муравьиной кислоты раствора 5 % в ацетонитриле (для стабилизации экстракта). Проводят определение содержания остаточных пестицидов методом ГХ/МС или ВЭЖХ/МС.

В качестве внутреннего стандарта может быть использован трифенилфосфат. Его добавляют в начальной стадии пробоподготовки одновременно с ацетонитрилом в концентрации 1 мкг/мл для ВЭЖХ/МС или 10 мкг/мл для ГХ/МС.

Могут быть использованы другие методики пробоподготовки при условии их валидации.

Проведение измерений

Хроматомасс-спектрометрический анализ полученных растворов проводят на газовом хроматографе с масс-селективным детектором с использованием стандартных веществ (стандартный образец состава: α -гексахлорциклогексан, γ -гексахлорциклогексан, ДДТ, ДДЕ, ДДД, альдрин, гептахлор), а также внутреннего стандарта – 4,4'-дибромдифенила.

Для анализа используют 30 м кварцевую капиллярную колонку HP-5MS (сополимер 5% дифенила и 95% диметилсилоксана) с внутренним диаметром 0,25 мм и толщиной пленки неподвижной фазы 0,3 мкм или любую аналогичную. Анализ осуществляют при условиях, указанных в табл. 2.

Масс-спектры регистрируют при ионизации электронным ударом с энергией ионизации 70 эВ. Скорость сканирования должна составлять 1 скан/с при диапазоне сканирования 40-600 а.е.м.

Таблица 2 – Условия хроматомасс-спектрометрического анализа остаточных пестицидов (хлорсодержащих) на колонке HP-5MS

$T_{\text{нач.}}, ^\circ\text{C}$	$v, ^\circ\text{C}/\text{мин}$	$T_{\text{конеч.}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{исп.}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{инт.}}, ^\circ\text{C}$	$V, \text{мкл}$
70	10	300	280	280	1

Примечание: $T_{\text{нач.}}$ – начальная температура термостата колонки (выдержка 4 мин.); v – скорость линейного нагрева колонки; $T_{\text{конеч.}}$ – конечная температура колонки (выдержка 5 мин.); $T_{\text{исп.}}$ – температура испарителя; $T_{\text{инт.}}$ – температура интерфейса; V , мкл – объем