

## МОНГОЛ УЛСЫН СТАНДАРТ

Ангилалтын код **03.120.20; 67.020**

Ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүн – Пестицидийн үлдэгдлийг ацетонитрилээр хандлан, хий болон шингэний хроматографийн аргаар тодорхойлох олон талт шинжилгээний арга	MNS EN 15662:2025
Foods of plant origin – Multimethod for the determination of pesticide residues using GC- and LC-based analysis following acetonitrile	EN 15662:2018

Стандарт, хэмжил зүйн газрын даргын 2025 оны дугаар сарын -ны өдрийн дугаар тогтоолоор батлав.

Энэ стандарт нь 2025 оны дугаар сарын -ны өдрөөс эхлэн хүчинтэй.

### 1. Хамрах хүрээ

Энэхүү Европийн стандарт нь ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүн болох жимс (хатаасан жимс), хүнсний ногоо (хатаасан ногоо), үр тариа болон тэдгээрийн боловсруулсан бүтээгдэхүүн дэх пестицидийн үлдэгдлийг хийн хроматографи (GC), масс-спектрометртэй хосолсон хий (GC-MS(/MS)) эсхүл шингэний (LC-MS(/MS)) хроматографийн аргаар шинжилж тодорхойлох аргыг тайлбарласан болно. Уг аргачлалаар олон тооны пестицид болон түүхий эдийг хамтатган судласан. Давтацын өгөгдлийг CEN/TR 17063 стандартад нэгтгэв. Шалгалт тохируулгын заавар нь CEN/TS 17061 стандартаар зохицуулагдана.

### 2. Норматив ишлэл

Дараах бичиг баримтийг энэхүү стандартад дурдсан бөгөөд тэдгээрийн зарим буюу бүх агуулга нь энэхүү баримт бичгийн шаардлагыг бүрдүүлдэг. Огноотой эшлэлүүдийн хувьд зөвхөн иш татсан хувилбарыг хэрэглэнэ. Огноогүй эшлэлүүдийн хувьд баримт бичгийн хамгийн сүүлийн хувилбар (өөрчлөлтийг оруулаад) хамаарна.

*CEN/TS 17061:2017. Хүнсний бүтээгдэхүүн – Хийн хроматографийн аргаар пестицидийн үлдэгдэл болон органик бохирдуулагчийн агууламжийг тодорхойлох, шалгалт тохируулга хийх аргачлал.*

### 3. Зарчим

Нэгэн төрлийн болгосон дээжийг ацетонитрилээр хандална. Усны агуулга багатай (<80 %) дээжийг хандлахын өмнө 10 г ус нэмнэ. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитратын буффер давс нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, фазыг салгахын тулд центрифуг ашиглана. Органик фазын үеийг багц сорбент ашиглан дисперсийн хатуу фазын хандлалтаар (dSPE), түүнчлэн үлдэгдэл усыг магнийн сульфатаар зайлуулна. Амино сорбент (анхдагч хоёрдогч амины сорбент, PSA), шаардлагатай бол гафитжуулсан нүүрс (GCB) эсхүл октадецилсиланаар (ODS) цэвэрлэсний дараа шүлтлэг орчинд тэсвэргүй пестицидийн бэхжилтийг сайжруулахын тулд хандан дээр бага хэмжээний шоргоолжны хүчлийг нэмж хүчиллэгжүүлнэ. Эцсийн хандыг хий

болон шингэний хроматографиар шууд шинжилнэ. Хийн хроматографит тохирох детектор нь массын өндөр нарийвчлал бүхий массын сонгомол детектор (МС эсхүл МС/МС) эсхүл дөлөн фотометрийн (FPD), электрон баригч (ECD) зэрэг бусад хийн хроматографийн детекторуудаар тоноглогдсон байна. Шингэний хроматографийн шинжилгээнд ялангуяа тандем буюу холсолмол масс-спектрометр (LC-MS/MS) эсхүл өндөр нарийвчлалтай масс-спектрометр нь илүү тохиромжтой. Сорьцыг эхний хандлалтаас өмнө дотоод стандарт нэмэх замаар тодорхойлох боломжтой хэдий ч заавал ашиглах заалт байхгүй. Шалгалт тохируулгын дэлгэрэнгүйг CEN/TS 17061 стандартад тусгасан болно.

#### **4. Сорьц бэлтгэх болон хадгалах**

##### **4.1 Ерөнхий**

Сорьц боловсруулах болон хадгалах явц нь дээжид (зарим тохиолдолд аналитик сорьц гэх) агуулагдах үлдэгдлийн агууламжид илэрхий нөлөө үзүүлэх ёсгүйг батална. Сорьц боловсруулалтанд нэгэн төрлийн, дээжийг авах нөхцлийг мөн бүрдүүлэх ёстой. Хэрэв шинжилгээний ганц сорьц шинжлэх дээжийг бүрэн гүйцэт төлөөлөхгүй бол үнэн зөв үр дүнг үнэлэхийн тулд дээжийн хэмжээг өсгөх эсхүл давтан шинжилж болно. Тоон шинжилгээнд үлдэгдлийг хандлахад дээжийг сайтар бутласан байх шаардлагатай

##### **4.2 Лабораторийн дээж**

Их хэмжээгээр эсхүл бүрэн муудсан лабораторийн дээжийг шинжлэхгүй. Боломжтой бол лабораторид дээжийг хүлээн авсан даруй физик эсхүл химийн өөрчлөлтөнд илт орохоос нь өмнө бэлтгэнэ. Хэрэв лабораторийн дээжийг цаг алдалгүй бэлтгэх боломжгүй бол муудахаас сэргийлж тохирох нөхцөлд хадгална. Хатаасан эсхүл ижил нөхцөлд боловсруулсан дээжийг тогтоосон хадгалалтын хугацаанд нь багтааж шинжилнэ.

##### **4.3 Дээжийг бэлтгэх**

Дээжийг бэлтгэхэд пестицидийн үлдэгдэл хамгийн их байх боломжтой хэсгийг сорьц болгон авна. Ургамлын бусад хэсгийг хаяж болохгүй.

Лабораторийн дээжийн хэмжээг багасгах бол төлөөлөх эх дээжнээс **(4 хэсэг болгон хувааж, хуваасан дээжний эсрэг талаас нь таслан авах)** авна.

Жижиг хэмжээтэй дээжийг (жишээ нь зэрлэг жимс, үр тариа, буурцаг) сорьц бэлтгэхээс өмнө сайтар хольж жинлэн авна. Том хэмжээтэй дээжийг сорьц болгон авахдаа өнцөг үүсгэж (жишээ нь тарвас), хөндлөн огтолж (жишээ нь өргөст хэмх) гадна хальсны хамт бэлтгэнэ.

##### **4.4 Дээж**

Таслан авч бэлтгэсэн дээжийг нэгэн төрлийн болгох явцад хүндрэл учруулж болзошгүй хэсгүүдийг авч зайлуулна. Ястай жимсний ясыг нь салгаж авна. Ингэснээр дээж бэлэн болно. Ургамлаас зайлуулсан хэсгийг бүртгэж, хадгална. Сорьц бэлтгэх үед шүүс болон идээг алдахаас зайлсхийж урьдчилан сэргийлэх арга

хэмжээг авна. Үлдэгдлийн агууламжийг тооцоолохдоо анх авсан дээжийн хэмжээ (шаардлагатай тохиолдолд үрийг тооцно) дээр үндэслэнэ.

Дээж нь нэгэн төрлийн бус эсхүл том хэмжээтэй хэсгүүдээс үүдэн хандлахад хүндрэл учирч болзошгүй тул тохирох багажаар эрчимтэй бутлана. Хэрэв шүүс болон идээг салгах явцад эсхүл тухайн пестицидийн задрал илт явагдахгүй байвал энэ нь орчны температуртай холбоотой байх боломжтой. Дээжийг хөлдөөсөн төлөвт бутлах нь химийн тогтворгүй пестицидийн алдагдлыг багасгаж, жижиг ширхэгийн хэмжээ маш сайн, илүү нэгэн төрлийн болгодог. Дээжийг хутгаар том хэмжээтэй (3см х 3см) хэрчиж, бутлахын өмнө хөлдөөх нь ( $-18^{\circ}\text{C}$ -ийн хэмд шөнийн турш) ажилбарыг хөнгөвчилдөг. Сорьц боловсруулалтыг мөн 0 хэмээс доош барихын тулд хуурай мөс эсхүл шингэн азотоор ажилдаг хөлдөөн бутлагч ашиглан хөнгөвчилж, сайжруулж болно. Тасалгааны температурит бутлагчтай харьцуулхад хөлдөөн бутлах арга нь ялангуяа жимс, хүнсний ногооноос бат бөх хальстай (жишээлбэл, улаан лооль, усан үзэм) бүтээглэхүүнүүдийг нэгэн төрлийн болгоход илүү үр дүнтэй байдаг. Пестицид нь ихэвчлэн бүтээгдэхүүний хальсан дээр **байдаг** тул хөлдөөн бутлах нь дээжийн түүвэр авах хэлбэлзлийг багасгадаг. Дээжийг бага температурт боловсруулах явцад өндөр чийгшлээс үүдэн конденсаци үүсэхээс зайлсхий. Сорьцын жинд үзүүлэх нөлөөллийг багасгахын тулд үлдэгдэл нүүрстөрөгчийн давхар ислийг хангалттай хэмжээнд арилгасан байх ёстой.

#### **4.5 Сорьц**

Нэг шинжилгээнд хангалттай хэмжээний сорьцыг жижиглэж бутласан дээжнээс авна. Эдгээр сорьцыг даруй шинжилгээнд оруулна. Хэрэв сорьцыг шууд шинжилгээнд оруулах боломжгүй бол дээж эсхүл сорьцыг шинжилгээнд оруулах хүртэл нь хөлдөөнө. Хадгалалтын явцад дээжийн нэгэн төрлийн байдал алдагдсан тохиолдолд сорьц болгон бэлтгэхээс өмнө нэгэн төрлийн байдлыг дахин сэргээхийн тулд сайтар холино.

#### **5. Шинжилгээний явц**

Дээжийн хандлалтыг E1–E9 хүртэлх заалтаар зохицуулна. Хандлалтаар гарган авсан түүхий хандыг C1–C5 хүртэлх заалтыг ашиглан цэвэрлэнэ. Хэрвээ D1–D6-д заасан хроматографийн аргаар шинжилгээ хийх явцад матрицийн нөлөөлөл илт илрэхгүй бол цэвэрлэгээний үе шатыг алгасч болно. Зарим тохиолдолд цэвэрлэгээний үе шатыг түүхий хандыг шингэлэх замаар (C0 заалт) орлуулж болно. Шинжилгээг эхлэхээс өмнө хандын бэхжүүлэлтийг S1-ийн дагуу гүйцэтгэж болно. Бүх заалтын дэлгэрэнгүй мэдээллийг Хавсралт А-д, нэмэлт мэдээллийг Хавсралт В-д тус тус үзүүлэв.

Заалтын товч тайлбар, хэрэглэх заалт болон ашиглах жишээг Хүснэгт 1-4-т үзүүлэв. Сорьцын хандан дах үлдэгдлийн агууламжийг тооцоолохын тулд хүснэгт 5-ын Q1–Q7 хувилбаруудад тодорхойлсон шалгалт тохируулгын бүхий л явц болон тодорхойлох аргыг ашиглаж болно. Дээжийг хандлах болон түүхий хандыг

цэвэрлэх тохиромжтой аргачлалын хослолыг Хүснэгт 6-д олон тооны бүтээгдэхүүн дээр үзүүлэв

### Хүснэгт 1 — Хандлалт (E)

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
Гидролизгүйгээр хандлах			
E1	10 г сорьцыг ус нэмэхгүйгээр ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж ( $\geq 80\%$ ) өндөр ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	Жимс, ногоо болон шүүс
E2	10 г сорьцыг (a) 0,6 мл эсхүл (b) 0,2 мл натрийн гидроксидийн уусмал нэмсний дараа 10 мл ацетонитрилээр хандлах	Хүчиллэгийн агуулга болон усны агуулга өндөр ( $\geq 80\%$ ) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	a) Нимбэг, лайм, улаан үхрийн нүд бөөрөлзгөнө, үхрийн нүд
E3	10 г сорьцыг (a) 2,5 мл эсхүл (b) 4,5 мл ус нэмсний дараа ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж дундаж ( $> 40\%$ болон $< 80\%$ ) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	a) Банана, үндэст, булцуут ногоо (төмс, амтат төмс, яншуй) Талх, хасарваань, туулайн бөөр
E4	Дээжийг усаар нэгэн төрлийн болгоод 13.5 г нэгэн төрлийн дээжийг ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж багатай (15%-40%) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	Хатаасан жимс ба ижил төстэй бүтээгдэхүүн
E5	5 г сорьц дээр 10 мл ус нэмсний дараа ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж маш бага ( $< 15\%$ ) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн, зөгийн бал	Үр тариа болон тэдгээрийн бүтээгдэхүүн, зөгийн бал
E6	5 г сорьц дээр 6 мл ус нэмсний дараа ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж дундаж ( $> 40\%$ – $80\%$ ) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн, матрицийн нөлөөлөл их эсхүл тосны агууламж өндөр ( $> 5\%$ )	Сармис, авокадо
E7	2 г сорьц дээр 10 мл ус нэмсний дараа ацетонитрилээр хандлах	Усны агууламж маш бага ( $< 15\%$ ) ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн, матрицийн нөлөөлөл ихтэй хөлдөөж хатаасан бүтээгдэхүүнүүд	Халуун ногоо, кофе, тамхи, цай, сэвэг зарам, хөлдөөж-хатаасан жимс

Хүснэгт 1-ийн үргэлжлэл

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
Гидролизлож хандлах			
<b>E8</b>	Ацетонитрил агуулсан 10 г зуурмаг сорьц дах хүчиллэг пестицидийн конъюгатууд болон эфирүүдийг гидролизэд оруулж хандлах (шүлтийн гидролизийн стандарт арга)	pH нь саармаг эсхүл хүчиллэг, усны агууламж ( $\geq 80\%$ ) өндөр ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	Жимс, хүнсний ногоо, шүүс, нимбэг
<b>E9</b>	Ацетонитрил агуулсан 2-5 г зуурмаг сорьц дах хүчиллэг пестицидийн конъюгатууд болон эфирүүдийг гидролизэд оруулж хандлах (шүлтийн гидролизийн стандарт арга)	Усны агууламж бага ургамал болон хүнсний бүтээгдэхүүн	Үр тариа болон тэдгээрийн бүтээгдэхүүн, сармис, халуун ногоо, кофе, тамхи, цай, сэвэг зарам, хөлдөөж-хатаасан жимс

Хүснэгт 2 — Цэвэрлэгээ (C)

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
<b>C0</b>	Цэвэрлэгээгүй	Матрицийн нөлөөлөл багатай шинжилгээний ханд, аргачлал C2-C5-д ашиглагддаг amino сорбенттой (PSA) харилцан үйлчлэлцдэг шүлтэг орчинд тэсвэргүй хүчиллэг пестицидүүд ( $pK_a < 5$ )	Өргөст хэмх, алим, хангалттайгаар шингэлсэн түүхий ханд
<b>C1</b>	Хөлдөөх	Давхар хандлагдсан өөх тосыг зайлуулах (C2, C3, C5 г.м. цэвэрлэгээнүүдтэй хослуулах)	Жүрж, нимбэг, үр тариа
<b>C2</b>	Аmino сорбентоор (PSA) дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE) явуулах	Саармаг болон шүлтлэг пестицидүүдийг тодорхойлохын өмнө түүхий хандыг цэвэрлэх	Тодорхой аргачлал онцгойлон заагаагүй хүнсний бүтээгдэхүүн
<b>C3</b>	Их хэмжээний amino сорбентоор (PSA) дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE) явуулах	Шүлтлэг болон саармаг пестицидүүдийг тодорхойлохын өмнө матрицийн нөлөөлөл ихтэй ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүний түүхий хандыг цэвэрлэх	E5 (жишээ нь үр тариа болон тэдгээрийн бүтээгдэхүүн) ба E7-ийн (жишээ нь кофе, цай, хатаасан ургамал, халуун ногоо) дагуу гаргасан авсан түүхий ханд

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
C4	Амино сорбент болон цахиурт суурилсан урвуу фазын холимогоор (PSA/ODS) дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE) явуулах	Нэгэн зэрэг түүхий хандыг цэвэрлэх болон дахин хандлагдсан өөх тосыг зайлуулах	Цитрус жимс, үр тариа болон түүгээр хийсэн бүтээгдэхүүн, авокадо, чидун жимс
C5	Амино сорбент болон Гафитжүүлсэн нүүрсэн сорбентын (PSA/GCB) холимогоор дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE) явуулах	Шүлтлэг болон саармаг пестицидүүдийг тодорхойлохын өмнө өнгөтэй түүхий хандыг цэвэрлэх	Навчит байцай, байцай, рукола

### Хүснэгт 3 — Хандыг бэхжүүлэх (S)

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
S0	Бэхжүүлэхгүй	Хүчилд тэсвэргүй нэгдлүүд	Флазасульфурон Мезосульфурон Трибенурон Трифлюосульфурон
S1	Шоргоолжны хүчлээр бэхжүүлэх	Шүлтэд тэсвэргүй, хүчилд тогтвортой нэгдлүүд	Ихэнх нэгдлүүд

### Хүснэгт 4 — Илрүүлэлт (D)

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
D1	ШХ-МС/МС (LC-MS/MS)	E1-E9 хүртэлх заалтын дагуу хандалсны дараа C0-C5 заалтаар цэвэрлэх	Дурын бүтээгдэхүүний хандыг электроныг шүршин ионжуулах (ESI) болон атмосферийн даралтад химийн ионжуулагчаар (APCI) шинжлэгдэхүүнийг ионжуулах
D2	ШХ-ӨН-МС (LC-HR-MS)	E1-E9 хүртэлх заалтын дагуу хандалсны дараа C0-C5 заалтаар цэвэрлэх	
D3	XX-МС/МС (GC-MS/MS)	E1-E7 хүртэлх заалтын дагуу хандалсны дараа C0-C5 заалтаар цэвэрлэх	Дурын бүтээгдэхүүний хандыг электрон ионжуулах (ESI), эерэг (PCI) болон сөрөг (NCI) химийн ионжуулагчаар шинжлэгдэхүүнийг ионжуулах
D4	XX-МС (ИБД болон НХ-тай хосолсон) (GC-MS (incl. ITD and TOF))		Матрицын нөлөөлөл багатай дурын бүтээгдэхүүний хандыг электрон ионжуулах (ESI), эерэг (PCI) болон сөрөг (NCI) химийн ионжуулагчаар шинжлэгдэхүүнийг ионжуулах

Заалт	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Жишээ
D5	ХХ-ДПД (GC-FPD)	E1-E7 хүртэлх заалтын дагуу хандалсны дараа C0-C5 заалтаар цэвэрлэх	Фосфорорганик болон хүхэр агуулсан нэгдлүүд
D6	ХХ-ЕБД (GC-ECD)	E1-E7 хүртэлх заалтын дагуу хандалсны дараа C0-C5 заалтаар цэвэрлэх	Хлорторганик нэгдлүүд

Нэг квадруполь масс спектрометрийн детектор (СИГ илүү тохиромжтой), ион баригч детектор (ITD), нисэх хугацааны (TOF) массын спектрометр детектор (MS-ийн нарийвчлалаас үл хамааран) хосолсон хийн хроматографийн шинжилгээ нь бүх шинжлэгдэхүүнүүдэд тохирно. Цэвэрлэгээгүйгээр ХХ-МС-ийн шинжилгээг зөвхөн их хэмжээгээр хандыг шингэлсэн тохиолдолд боломжтой (заалт C0).

### Хүснэгт 5 — Тодорхойлох (Q)

Хувилбар	Тайлбар	Хэрэглэх заалт	Лавлагаа
Q1	Уусгагчид гадаад стандартыг ашиглаж тодорхойлох	Матрицийн нөлөөлөл маш бага үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.4.2-4.4.5-ыг үз.
Q2	Матрицад гадаад стандартыг ашиглаж тодорхойлох	Матрицийн нөлөөлөл тусгагдсан үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.3 ба 4.4.2- 4.4.5-ыг үз.
Q3	Уусгагчид стандарт болон дотоод стандарт ашиглаж тодорхойлох	Матрицийн нөлөөлөл маш бага үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.5.2-ыг үз.
Q4	Эцсийн хандан дээр стандарт нэмэлтийн аргаар тодорхойлох	Мохиромжтой хоосон матрицгүй, матрицийн нөлөөллийг тусгагдсан үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.6.2-ыг үз.
Q5	Изотоп агуулсан дотоод стандарт эсхүл стандарт болон дотоод стандарт ашиглаж тодорхойлох	Сэргээгдэх чадвар бага нөхцөлд матрицын нөлөөллийг харгалзан авч үзэх үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.3, 4.5.2 болон 4.5.3-ыг үз.
Q6	Сорьцыг стандарт нэмэлтийн аргаар тодорхойлох	Шинжлэгдэхүүний хандлалт бүрэн явагдаагүй эсхүл хоосон (хяналтын) дээжгүй үед матрицын нөлөөллийг харгалзан авч үзэх үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.6.3-ыг үз.
Q7	Бүхий л явцыг шалгалт тохируулгаар тодорхойлох	Шинжлэгдэхүүний хандлалт бүрэн явагдаагүй эсхүл матрицын нөлөөллийг харгалзан авч үзэх үед тодорхойлох	CEN/TS 17061:2017, 4.7-г үз.

**Хүснэгт 6 — Тодорхой бүтээгдэхүүнийг хандлах болон цэвэрлэх тохиромжтой хослол**

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Алимны жүүс	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Алимны шахдас	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Алим	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хатаасан алим	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Чангаанз	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Чангаанз, хатаасан	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Чангаазны жүүс	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хэрээн нүд/ аспарагус	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хаш	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Авакода	E6	5 г / 6 мл	C1+C2	Хөлдөөнө + PSA 25	C4	PSA 25 + C18 25
Гадил	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Гадил, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Базилик	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25+GCB 7,5	—	—
Шошны үр, шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Шош, хатаасан	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Улаан манжин	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Бөөрөлзгөнө/хар	E2b	10 г / NaOH 2	C2	PSA 25	—	—
Бөөрөлзгөнө, хөлдөөж- хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C3a	PSA 50
Нэрс	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Нэрс, хатаасан (усны агуулга 14%)	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Нэрс, хөлдөөж- хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C3a	PSA 50
Талх (усны агуулга 34%- 43%)	E3b	10 г / 4,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Талхан жимс (усны агуулга 70%)	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Брокколи	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—

## Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Лууван	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Лууван, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C5a	PSA 25 + GCB 2,5
Цэцэгт байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Булцуут цоохор майлз	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	C5a	PSA 25 + GCB 2,5
Цоохор майлз	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Цоохор майлз, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C5b	PSA 25 + GCB 7,5
Үр тарианы гурил	E5	5 г / 10 мл	C1 + C3a	Хөлдөөнө + PSA 50	C4	PSA 25 + C18 25
Үр тариа	E5	5 г / 10 мл	C1 + C3a	Хөлдөөнө + PSA 50	C4	PSA 25 + C18 25
Хүүхдийн будаа/Манна	E5	5 г / 10 мл	C 1 + C3a	Хөлдөөнө + PSA 50	C4	PSA 25 + C18 25
Үр тарианы нэвс	E5	5 г / 10 мл	C1 + C3a	Хөлдөөнө + PSA 50	C4	PSA 25 + C18 25
Интоор	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Туулайн бөөр (усны агуулга 45-52%)	E3b	10 г / 4,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Хятад байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Чивс /Навчит сонгино	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Чивс, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10мл	C2	PSA 25	C5b	PSA 25 + GCB 7,5
Кокос, шинэ	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Кофены үр	E7	2 г / 10 мл	C3b	PSA 75	—	—
Кориандр /Үүсүү/	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Эрдэнэ шиш, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Эрдэнэ шиш, шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Ногоо хулуу	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Кресс салат	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Өргөст хэмх	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Үхрийн нүд	E2a	10 г / NaOH 1	C2	PSA 25	—	—
Үхрийн нүд, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—

## Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Үхрийн нүдний жүүс	E2a	10 г / NaOH 1	C2	PSA 25	—	—
Хасарваань	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Хасарваань, шинэ (усны агуулга 50%-60 %)	E3b	10 г / 4,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Дуриан	E6	5 г / 6 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	C4	PSA 25 + C18 25
Навчит цикори	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Инжир, хатаасан	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Таримал мөөг	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хатаасан мөөг (Ж нь: Шийтаки, идэшний бөөндий)	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Сармис (усны агуулга 59%)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Цагаан гаа (усны агуулга 79%)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Гинкгоны үр (усны агуулга 55%)	E3b	10 г / 4,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Бөөрөнхий артишок	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Тошлой	E2b	10 г / NaOH 2	C2	PSA 25	—	—
Усан үзмийн навч	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Усан үзмийн навч	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Бэрсүүт жүрж /Гейпфрут/	E1	10 г / 0 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Усан үзэм	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Бөөрөнхий байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Шаржигнуур салат навч	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Зөгийн бал	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Амтат гуа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Тунхуу	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Джек фрукт (усны агуулга 74%)	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Буржгар байцаа	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—

## Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Киви	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Булцуут байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хурган салат	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Порей сонгино	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Порей сонгино , хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Нимбэгний өвс (усны агуулга 71 %)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Нимбэгний жүүс	E2a	10 г / NaOH 1	C2	PSA 25	—	—
Нимбэг	E2a	10 г / NaOH 1	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Сэвэг зарам, хатаасан	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Лаймны жүүс	E2a	10 г / NaOH 1	C2	PSA 25	—	—
Лайм	E2a	10 г / NaOH 1	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Бадамлянхуан үндэс (усны агуулга 79%)	E3a	10 г / 2,5 ml	C2	PSA 25	—	—
Бадамлянхуан үр	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Бадамлянхуан үр, хатаасан (усны агуулга 14 %)	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Мандарин	E1	10 г / 0 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Манго	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Манго, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C5b	PSA 25 + GCB 7,5
Шар чавга /Мирабелле/	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Амтат тоор/Нектарин	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Олив	E6	5 г / 6 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	C4	PSA 25 + C18 25
Сонгино	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Жүрж	E1	10 г / 0 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Папайя	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Яншуй	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—

## Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Жүрж	E1	10 г / 0 мл	C1 + C2	Хөлдөөнө + PSA 25	—	—
Папайя	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Яншуй	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Парснийп	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Тоор	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Тоор, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10мл	C2	PSA 25	—	—
Лийр	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Вандуй, хатаасан	E5	5 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Вандуй, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Чинжүү, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C5b	PSA 25 + GCB 7,5
Чинжүү, ногоон, шар	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Чинжүү, улаан	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Гааны навч/шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Гааны навч/шинэ (усны агуулга 78 %)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Хан боргоцой	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хан боргоцой, хөлдөөж-хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Плантане/ногооны гадил	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Хар чавга	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Хар чавга, хатаасан	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Төмс	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Төмс	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Шар хулуу	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Күйнсэ	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Редиск	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Үзэм	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Бөөрөлзгөнө/улаан	b	10 г / NaOH 2	C2	PSA 25	—	—

## Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Хүрэн байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Гишүүн	E2b	10 г / NaOH 2	C2	PSA 25	—	—
Гишүүний жүүс	E2b	10 г / NaOH 2	C2	PSA 25	—	—
Аргула салат	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Ромейн шанцай	E1	10 г / 0 мл	C5a	PSA 25 + GCB 2,5	—	—
Розмари (усны агуулга 68%)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Розмари, шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Мугваа/шар дэр, шинэ	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
Мугваа/шар дэр, шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Салсит	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Савой байцаа	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
шаллот	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Шаллот, хөлдөөж- хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Спирминт	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Амтагч	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	—	—
Бууцай	E1	10 г / 0 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—
Гүзээлзгэнэ	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Гүзээлзгэнэ, хөлдөөж- хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C3a	PSA 50
Амтат төмс	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Тамаринд (усны агуулга 31 %)	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Таро/эддо	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Цай	E7	2 г / 10 мл	C36	PSA 75	—	—
Ганга, хатаасан	E7	2 г / 10 мл	C2	PSA 25	C5b	PSA 25 + GCB 7,5
Ганга, шинэ	E3a	10 г / 2,5 мл	C5b	PSA 25 + GCB 7,5	—	—

Ганга, шинэ (усны агуулга 65 %)	E6	5 г / 6 мл	C2	PSA 25	—	—
---------------------------------	----	------------	----	--------	---	---

Хүснэгт 6-ийн үргэлжлэл

Бүтээгдэхүүн	Хандлах (E)	Тайлбар (E) <sup>a</sup>	Цэвэрлэгээ (C)	Тайлбар (C) <sup>b</sup>	Цэвэрлэгээ (C хувил).	Тайлбар (C хувил) <sup>b</sup>
Улаан лоль	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Улаан лоль, хатаасан (усны агуулга 14,5 %)	E4	500 г / 850 мл	C2	PSA 25	—	—
Хүсний ногоо	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Эгэл гиш/Морин шош (хальстай)	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Буудайн соёлж (усны агуулга 47 %)	E3b	10 г / 4,5 мл	C2	PSA 25	—	—
Дарс	E1	10 г / 0 мл	C2	PSA 25	—	—
Ямс	E3a	10 г / 2,5 мл	C2	PSA 25	—	—

а) Миллитрээр нэмсэн усны эзлэхүүнийг; NaOH 1 нь 0,6 мл NaOH (5 мол/л) нэмэлтийг; NaOH 2 нь 0,2 мл NaOH (5 мол/л) нэмэлтийг тус тус илэрхийлэв.

б) Тоон утга нь хандлалтын мл тутамд ногдох PSA (анхдагч хоёрдогч амины сорбент) эсхүл GCB (гафитжүүлсэн нүүрсэн сорбент)-ийн хэмжээг илэрхийлэв.

## 6. Үр дүнг үнэлэх

### 6.1 Тодорхойлох болон таних

Сорьцын ханданд агуулагдах шинжлэгдэхүүнийг таньж тодорхойлохын тулд хэд хэдэн параметруудийг ашиглана. Үүнд:

- Илэрсэн шинжлэгдэхүүний баригдах хугацаа ( $R_t$ ) эсхүл ижил нөхцөлд шинжилсэн баригдах хугацааг дотоод стандарттай  $\left[ \text{ISTD} \left( R_{t(a)} / R_{t(\text{ISTD})} \right) \right]$  харьцуулсан байвал сайн;
- Масс буюу шилжилтийн харьцангуй эрчим нь (МС/МС-ийн детектоор сонгосон урвалын горимд (SRM) 2 онош ион, МС детектоор 3 онош ион тус тус шаардлагатай) МС эсхүл МС/МС-ийн детекторт бүртгэгдсэн тохиолдолд. [2], [3], [4]-ийг үз;
- Шинжлэгдэхүүний пикийн хэлбэр/загварыг илтгэх онцлог шинж.

Сорьцын ханданд таньж тогтоогдсон шинжлэгдэхүүнээс олж авсан хэмжүүрийг шалгалт тохируулгын уусмал(ууд) дах пестицидтэй харьцуулна. Илэрч танигдсан шинжлэгдэхүүнийг илүү өндөр түвшинд баталгаажуулах шаардлагатай бол хроматографийн ялган салгалтыг ондоо нөхцөлд эсхүл SRM-ийн шилжилт болоу нэмэлт  $m/z$  онош ион зэрэг нэмэлт арга хэмжээг авч болно. Баталгаажуулалтанд зайлшгүй шаардлагатай нэмэлт шалгуурыг (жишээлбэл, өөр өөр МС-ийн аргад ашиглах хамгийн их зөвшөөрөгдөх зохимжтой ионы харьцаа) ЕХ-ны чанарын хяналтын удирдамж SANTE/11813/2017-ийн [5]-д тодорхойлов. Ашиглах боломжтой

дотоод стандартын жагсаалтыг хүснэгт А.1-д үзүүлэв. Нэгээс олон дотоод стандартын ашигласнаар зарим нэмэлт мэдээллийг өгөх болно.

Шинжлэгдэхүүн бүрийн шалгалт тохируулгын функци болон шугаман чанарыг стандарт уусмал ашиглан шалгана. Тохирох матрицтай стандарт ашиглах нь давуу тал боловч хүнсний бүтээгдэхүүн дэх пестицидийн үлдэгдлийн хэмжээг анх тооцоолоход эсхүл тэдгээрийг илрээгүй эсэхийг нотлохын тулд цэвэр уусгагчтай стандарт уусмал ашиглаж болно. Хэрэв урьдчилсан шинжилгээгээр аливаа дарангуйлах эсхүл сайжруулах нөлөөлөл гарсан үр дүнд илэрхий нөлөө үзүүлэхгүй гэж үзвэл тэдгээрийг мөн агууламжийг тооцоолоход ашиглаж болно. Тухайн пестицидийн үлдэгдэлийн агууламж илэрмэгц (жишээ нь, зөвшөөрөгдөх дээд хэмжээнээс (MRL) хэтэрсэн сэжигтэй тохиолдолд) тохирох матрицтай стандарт эсхүл стандарт нэмэлтийн аргыг ашиглан илүү нарийвчлалтай тодорхойлох боломжтой.

**ТАЙЛБАР:** Цэвэр уусгагчтай стандарт уусмалын аналитик дохиотой харьцуулахад сорьцын хандан дах тухайн шинжлэгдэхүүний аналитик дохионд матрицын нөлөө нь илүү нөлөөлнө.

Шалгалт тохируулгын муж нь үлдэгдлийн агууламжийг тодорхойлоход тохирсон байх ёстой. Иймээс шалгалт тохируулгын хэмжилтийн үр дүнгээс нэгээс олон жиших муруйг байгуулах шаардлагатай байж болно.

Энэхүү стандартаар тодорхойлох болон таньж тогтоох явцыг дотоод стандарт ашиглан гүйцэтгэх боломжтой. Хэдий тийм ч дотоод стандартгүйгээр агууламжийг мөн тодорхойлох боломжтой. Дотоод стандартгүй бол ацетонитрилийн фаз нь сорьцонд нэмсэн ацетонитрилийн эзэлхүүнтэй (10 мл) ижил байна гэж үзнэ.

## 6.2 Шалтгалт тохируулга

Европийн холбооны чанарын хяналтын удирдамж SANTE/11813/2017-ийн [5] эсхүл CEN/TS 17061-ийн дагуу шинжилгээний аргын шалгалт тохируулгыг гүйцэтгэнэ. Тохиромжтой шалгалт тохируулгыг А.7-ийн тодорхойлох аргачлалын Q1-Q7 хүртэлх хувилбаруудаас сонгоно.

## 6.3 Үлдэгдлийн агууламжийг тооцоолол

Таньж тогтоогдсон шинжлэгдэхүүний массын ногдол  $w_A$  нь хандан дахь бодисыг (заалт C0-C5) цэвэрлэсний дараах эцсийн хандан дах сорьцын массын агууламж  $\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}}$  болон энэхүү хандан дах бодисын агууламж  $\rho_A$  -аас (А.7-ийн Q1-Q7-ийн аль нэг хувилбарын дагуу тодорхойлсон) хамаарна. Энэ нь мг/кг-аар илэрхийлэгдэх ба (1) томъёогоор тооцоолно.  $w_A$

$$w_A = \frac{\rho_A}{\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}}} \quad (\text{А.})$$

Эндээс

$\rho_A$  сорьцын хандан дах шинжлэгдэхүүний массын агууламж (хувилбар Q, А.7.1.3, А.7.2.3, А.7.3.3 ба А.7.5.3-ыг үз) мкг/мл;

$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}}$  эцсийн хандан дах сорьцын массын агууламж (заалт С, А.4.1.3, А.4.2.3, А.4.3.3 г.м. үз) г/мл;

#### 6.4 Аргын бататгал

Туршилтаар гарсан сэргээгдэх чадвар нь (0,01 мг/кг-аас 0,25 мг/кг хүртэл агууламжаар баяжуулсан) ерөнхийдөө 70%-110%-ийн хооронд байв.

Лаборатори хоорондын аргын баталгаажуулалтын судалгааг төлөөлөх бүтээгдэхүүнүүд (ихэвчлэн өргөст хэмх, нимбэг, улаан буудайн гурил, үзэм) ашиглан олон тооны шинжлэгдэхүүнүүдийг хамруулсан. Мөн түүнчлэн баталгаажуулалт бүрийг дэлгэрэнгүй гүйцэтгэсэн. Европын Холбооны лавлагаа лабораторийн мэдээллийн санд лабораториудаас олгосон баталгаажуулалтын бүх өгөгдлийг нийтэлсэн болно [6].

Аргын баталгаажилтыг дурын бүтээгдэхүүн болон пестицидийн хослолоор нотлож болох ба наад зах нь хоёр лаборатори баталгаажуулалтын судалгааг нэг матриц дээр хоёр ижил түвшинд баяжуулан, түвшин бүрийг багадаа 5 давтацтай гүйцэтгэж, сэргээгдэх чадварыг 70%-120%-ийн хооронд гарган авч гүйцэтгэж болно. Түүнчлэн лаборатори тус бүрийн аль аль баяжуулалтын түвшний харьцангуй стандарт хазайлт 20%-иас бага буюу тэнцүү байна. Ач холбогдолтой бүхий л пестицидийг СЕН/TR 17063-т хамруулсан бөгөөд багадаа нэг матрицийн бүлгээр эдгээр нөхцлийг хангасан.

Тодорхой шинжлэгдэхүүн болон бүтээгдэхүүний бүлгээр нь баталсан аргын баталгаажуулалтын өгөгдлийг хүснэгт 7-д үзүүлэв.

**Хүснэгт 7 —Баталгаажуулалтын өгөгдөл**

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
1	2,4-Д	94–75–7	х	х	х	х
2	Ацефат	30560–19–1	х	х	х	х
3	Ацетамиприд	135410–20–7	х	х	х	х
4	Акринатрин	101007–06–1	х	х	х	х
5	Алдикарб	116–06–3	х	х	х	х
6	Авермектин В1а	65195–55–3	х	х	х	х
7	Азинфос-метил	86–50–0	х	х	х	х
8	Азоксистробин	131860–33–8	х	х	х	х

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
9	Беналаксил	71626-11-4	x	x	x	x
10	Бифентрин	82657-04-3	x	x	x	x
11	Бифенил	92-52-4	x	x	x	x
12	Битертанол	70585-36-3	x			
13	Боскалид	188425-85-6	x	x	x	x
14	Бромпропилат	18181-80-1	x	x	x	x
15	Бромоксинил	1689-84-5	x	x	x	x
16	Бромконазол	116255-48-2	x	x	x	x
17	Бупиримат	41483-43-6	x	x	x	x
18	Бупрофезин	69327-76-0	x	x	x	x
19	Карбарил	63-25-2	x	x	x	x
20	Карбендазим	10605-21-7	x	x	x	x
21	Карбофуран	1563-66-2	x	x	x	x
22	Карбофуран, 3-гидрокси-	16655-82-6	x	x	x	x
23	Карбоксин	5234-68-4	x	x	x	x
24	Хлорфенапир	122453-73-0	x	x	x	x
25	Хлорфенвинфос	470-90-6	x			
26	Хлорпрофам	101-21-3	x			
27	Хлорпирифос-этил	2921-88-2	x	x		
28	Хлорпирифос-метил	5598-13-0	x	x	x	x
29	Хлортал-диметил	1861-32-1	x	x	x	x
30	Клофентезин	74115-24-5	x	x	x	x
31	Кломазон	81777-89-1	x	x	x	x
32	Клотианидин	210880-92-5	x	x	x	x
33	Циазофамид	120116-88-3	x	x	x	x
34	Цифлутрин	68359-37-5	x	x		
35	Цихалотрин, лямбда-	91465-08-6	x	x		
36	Цимоксанил	57966-95-7	x	x	x	x
37	Циперметрин	52315-07-8	x	x	x	x
38	Ципроконазол	94361-06-5	x	x	x	x
39	Ципродинил	121552-61-2	x	x	x	x
40	п, п-ДДД	72-54-8	x			

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
41	п, п-ДДЕ	72-55-9	х			
42	Дельтаметрин	52918-63-5	х			
43	Деметон-S-метил сульфон	17040-19-6	х	х	х	х
44	Диазинон	333-41-5	х			
45	Дихлорпроп-П	15165-67-0	х	х	х	х
46	Дихлорвос	62-73-7	х	х	х	х
47	Диклоран	99-30-9	х	х	х	х
48	Дикротофос	3735-78-3	х	х	х	х
49	Диелдрин	60-57-1	х	х	х	х
50	Диетофенкарб	87130-20-9	х	х	х	х
51	Дифенокназол	119446-68-3	х	х	х	х
52	Дифлубензурон	35367-38-5	х	х	х	
53	Диметоат	60-51-5	х	х	х	х
54	Диметоморф	110488-70-5	х	х	х	
55	Диниконазол	83657-24-3	х	х	х	х
56	Дипениламин	122-39-4	х	х		х
57	Диурон	330-54-1	х	х	х	х
58	Эндосулфан сульфат	1031-07-8	х	х	х	х
59	Алфа-эндосулфан	33213-66-0	х	х	х	х
60	Бета-эндосулфан	33213-65-9	х	х	х	х
61	Эпоксиконазол	133855-98-8	х	х	х	х
62	Этофумесат	26225-79-6	х	х	х	х
63	Этопропос	13194-48-4	х	х	х	х
64	Этофенпрокс	80844-07-1	х	х	х	х
65	Этридиазол	2593-15-9	х	х	х	х
66	Фамоксадон	131807-57-3	х	х	х	х
67	Фенамидон	161326-34-7	х	х	х	х
68	Фенаримол	60168-88-9	х	х	х	х
69	Феназакин	120928-09-8	х	х	х	х
70	Фенбуконазол	114369-43-6	х	х	х	х
71	Фенгэксамид	126833-17-8	х	х	х	х
72	Фенитротрион	122-14-5	х	х	х	х

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
73	Феноксикарб	79127-80-3	x	x	x	x
74	Фенпропатрин	64257-84-7	x	x	x	x
75	Фенпропидин	67306-00-7	x	x	x	x
76	Фенпропиморф	67306-03-0	x	x	x	x
77	Фенпироксимат	111812-58-9	x	x	x	x
78	Фентион	55-38-9	x	x	x	x
79	Фенвалерат	51630-58-1	x	x	x	x
80	Фипронил	120068-37-3	x	x	x	x
81	Флоникамид	158062-67-0	x	x	x	x
82	Флуазифоп	69335-91-7	x	x	x	x
83	Флуазифоп-П	83066-88-0	x	x	x	x
84	Флудиоксонил	131341-86-1	x	x	x	x
85	Флуфеноксурон	101463-69-8	x	x	x	x
86	Флуопиколид	239110-15-7	x	x	x	x
87	Флукинконазол	136426-54-5	x			
88	Флусилазол	85509-19-9	x	x	x	x
89	Флутоланил	66332-96-5	x	x	x	x
90	Флутриафол	76674-21-0	x	x	x	x
91	Флувалинат	69409-94-5	x			
92	Форметанат	22259-30-9	x	x	x	x
93	Халоксифоп-П	95977-29-0	x	x	x	x
94	Хексахлорбензин	118-74-1	x			
95	Хексаконазол	79983-71-4	x	x	x	x
96	Хекситиазокс	78587-05-0	x	x	x	x
97	Имазалил	35554-44-0	x	x	x	x
98	Имидаклоприд	138261-41-3	x	x	x	x
99	Индоксакарб	173 584-44-6	x	x	x	x
100	Ипродион	36734-19-7	x	x	x	x
101	Ипроваликарб	140 923-17-7	x	x	x	x
102	Изофенпос-метил	99 675-03-3	x	x	x	x
103	Кресоксим-метил	143390-89-0	x	x		
104	Линурон	330-55-2	x	x	x	x

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
105	Луфенурон	103055-07-8	x	x		
106	Малаоксон	1634-78-2	x	x	x	x
107	Малатион	121-75-5	x	x	x	x
108	Мандипропамид	374726-62-2	x	x	x	x
109	МЦПА	94-74-6	x	x	x	x
110	Мепанипирим	110235-47-7	x	x	x	x
111	Металаксил	57837-19-1	x	x	x	x
112	Метамитрон	41394-05-2	x	x	x	x
113	Метамидофос	10265-92-6	x	x	x	x
114	Метидатион	950-37-8	x	x	x	x
115	Метиокарб	2032-65-7	x	x	x	x
116	Метиокарб-сулфон	2179-25-1	x		x	x
117	Метиокарб-сулфоксид	2635-10-1	x	x	x	x
118	Метомил	16752-77-5	x	x	x	x
119	Метоксифенозид	161050-58-4	x	x	x	x
120	С - Метолахлор	51218-45-2	x	x	x	x
121	Метрафенон	220899-03-6	x	x	x	x
122	Метрибузин	21087-64-9	x	x	x	x
123	Монокротофос	6923-22-4	x	x	x	x
124	Миклобутанил	88671-89-0	x	x		
125	Ометоат	1113-02-6	x	x	x	x
126	Окадиазон	19666-30-9	x			
127	Оксадиксил	77732-09-3	x	x	x	x
128	Оксамил	23135-22-0	x	x	x	x
129	Параоксон-метил	950-35-6	x	x	x	x
130	Паратион	56-38-2	x			
131	Паратион-метил	298-00-0	x			
132	Пенконазол	66246-88-6	x	x	x	x
133	Пенкуцурон	66063-05-6	x	x	x	x
134	Пендиметалин	40487-42-1	x	x	x	x
135	Перметрин	52645-53-1	x			
136	Фенмедифам	13684-63-4	x	x	x	x

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
137	2- Фенилфенол	90–43–7	x	x	x	x
138	Фозалон	2310–17–0	x			
139	Фосмет	732–11–6	x			
140	Фоксим	14816–18–3	x	x	x	x
141	Пиперонил бутоксид	51–03–6	x	x	x	x
142	Пиримикарб	23103–98–2	x	x	x	x
143	Пиримикарб, дисметил	30614–22–3	x	x	x	x
144	Пиримипос-метил	29232–93–7	x	x	x	x
145	Процимидон	32809–16–8	x	x		
146	Профенофос	41198–08–7	x	x	x	x
147	Пропамокарб гидрохлорид	24579–73–5	x	x	x	x
148	Пропаргит	2312–35–8	x	x	x	x
149	Пропиконазол	60207–90–1	x	x	x	x
150	Пропоксур	114–26–1	x	x	x	x
151	Пропизамид	23950–58–5	x	x	x	x
152	Просулфокарб	52888–80–9	x	x	x	x
153	Протиофос	34643–46–4	x			
154	Пиметрозин	123312–89–0			x	x
155	Пираклостробин	175013–18–0	x	x	x	x
156	Пиридабен	96489–71–3	x	x		
157	Пирифенокс	88283–41–4	x	x	x	x
158	Пириметанил	53112–28–0	x	x	x	x
159	Пирипроксифен	95737–68–1	x	x	x	x
160	Квиналфос	13593–03–8	x	x	x	x
161	Квиноксифен	124495–18–7	x	x	x	x
162	Квинтозен (ПХНБ)	82–68–8	x	x	x	x
163	Спиносин А	131929–60–7	x	x	x	x
164	Спиносин Д	131929–63–0	x	x	x	x
165	Спиродиклофен	148477–71–8	x	x	x	x
166	Спироксамин	118134–30–8	x	x	x	x
167	Тебуконазол	107534–96–3	x	x	x	x
168	Тебуфенозид	112410–23–8	x	x	x	x

Дутуу байна 190 хүртэл байх Хүснэгт 7-ийн үргэлжлэл

№	Шинжлэгдэхүүн	CAS №.	Бүтээгдэхүүний бүлэг ([5]-ийг үз)			
			Усны агуулга ихтэй	Ус болон хүчиллэгийн агуулга ихтэй	Усны агуулга бага, цардуул ихтэй	Усны агуулга бага, нүүрс ус ихтэй
169	Тебуфенпирад	119168-77-3	х	х	х	х
170	Тефлубензурон	83121-18-0	х			
171	Тефлутрин	79538-32-2	х	х	х	х
172	Тепралоксидим	149979-41-9	х	х	х	х
173	Тетраконазол	112281-77-3	х	х	х	х
174	Тетрадифон	116-29-0	х	х	х	х
175	Тетраметрин	51384-90-4	х			
176	Тибендазол	148-79-8	х	х	х	х
177	Тиаклоприд	111988-49-9	х	х	х	х
178	Тиаметоксам	153719-23-4	х	х	х	х

## 7. Баталгаажуулах сорил

Хэрэв эхний шинжилгээгээр зөвшөөрөгдөх дээд хэмжээнээс хэтэрсэн сэжигтэй тохиолдолд хоёр дах сорьцыг шинжлэн тоон агууламжийг баталгаажуулна. Баталгаажуулах талаар илүү дэлгэрэнгүй мэдээллийг [5]-д тусгав.

## 8. Давтац

Аргын давтацын лаборатори хоорондын сорилын мэдээллийг CEN/TR 17063-т нэгтгэн үзүүлэв. Лаборатори хоорондын сорилын утгыг CEN/TR 17063-т зааснаас өөрөөр пестицидийн агууламжийн муж болон матрицад ашиглаж болохгүй.

## 9. Шинжилгээний тайлан

Шинжилгээний тайлан нь дараах мэдээллийг агуулна:

- сорьцыг таньж тогтооход шаардлагатай бүхий л мэдээллүүд;
- иш татсан Европын стандарт;
- Үр дүн, үр дүнг илэрхийлэх нэгж;
- сорьц боловсруулсан төрөл, огноо, төрөл (боломжтой бол);
- лабораторид сорьцыг хүлээн авсан огноо;
- шинжилсэн огноо;
- шинжилгээний явцад ажиглагдсан дурын зүйл;
- үр дүнд нөлөөлж болзошгүй шаардлагагүй эсхүл аргад заагаагүй дурын үйл ажиллагаа.

**Хавсралт А**  
(Мэдээллийн чанартай)

**Заалтын тодорхойлолт**

**А.2 Хандлалт (E), цэвэрлэгээ (C), бэхжүүлэхэд (S) ашиглах урвалж бодис**

**А.1.1 Ерөнхий болон аюулгүй байдлын тухай ойлголтууд**

Өөрөөр заагаагүй бол анализын цэвэр урвалж ашиглана. Ус, уусгагч, сорбент, органик бус давс зэргийг бохирдохоос зайлсхийж, шаардлагатай арга хэмжээг авна.

**АНХААРУУЛГА – Энэхүү стандартыг ашиглах үед аюултай үйл ажиллагаа, тоног төхөөрөмж, материалыг ашиглаж болзошгүй. Энэхүү стандартыг ашиглахтай холбоотой аюулгүй байдлын бүх асуудлыг шийдвэрлэхийг зориогүй. Энэ стандартыг ашиглагч нь хөдөлмөрийн аюулгүй байдал, эрүүл ахуйн тогтоосон дүрэм журмыг бүрэн хариуцах бөгөөд хэрэглэхийн ашиглалтын хүрээгээ тодорхойлж, зөвшөөрөл авсан байна.**

**ХАРИУЦЛАГААС ТАТГАЛЗАХ –** Уг стандартын явцын тодорхойлолтонд нийцсэн, худалдааны нэршил бүхий хэд хэдэн тоног төхөөрөмж болон бүтээгдэхүүнийг дурьдсан болно. Энэхүү стандартад нэрлэгдсэн бүтээгдэхүүнүүдийг CEN-ийн зүгээс дэмжлэг үзүүлэх бус, уг стандартыг хэрэглэгч нарт давуу тал олгоход чиглэсэн юм. Хэрэв адил үр дүн үзүүлж чадна гэдгийг батлах боломжтой бол ижил төстэй бүтээгдэхүүнийг ашиглаж болно.

**А.1.2 Ацетонитрилд уусгасан чанарын хяналтын болон дотоод стандартын уусмал,  $\rho = 10$  мкг/мл-с 50 мкг/мл хүртэл:**

Энэхүү аргад ашиглаж болох чанарын хяналтын (QC) уусмал болон дотоод стандартуудыг (ISTDs) хүснэгт А.1-д үзүүлэв. Дотоод стандартын уусмалаас тохирох агууламжтай ( $C_{ISTD}$ ) хэмжээгээр ( $C_{ISTD}$ ) хандлалтын эхний үе шатанд нэмнэ. Уг стандартаас зохих шингэрүүлэлт ( $C_{ISTD}^{cal\ mix}$ ) хийж стандарт уусмалыг бэлтгэхэнэ.

**А.1.3 Ацетонитрил, шингэний хроматографийн цэвэршилттэй**

**А.1.4 Магнийн сульфат, усгүй, хайрган ширхэглэлтэй**

Шатаах зууханд шөнийн турш 550°C-т шатааж фталатыг зайлуулна.

**A.1.5 Натрийн хлорид**

**A.1.6 Динатрийн устөрөгчийн цитрат сесквигидрат**

**A.1.7 Тринатрийн цитрат дигидрат (Trisodium citrate dihydrate)**

**A.1.8 Буфер давсны хольц, хоёр дох хандлалт болон ялгалтын үед ашиглах**

Усгүй магнийн сульфатаас 4 г ± 0.2 г (A.1.4), натрийн хлоридоос 1 г ± 0.05 г (A.1.5), тринатрийн цитрат дигидрат 1 г ± 0.05 г (A.1.7) мөн динатрийн устөрөгчийнцитрат сесквигидратаас (A.1.6) 0,5 г ± 0,03 г-ын нарийвчлалтай тус тус жинлэн авч центрифугийн түбэнд (A.2.4) хийнэ. Энэ хэмжээ нь ойролцоогоор сорьцон дох 10 мл устай тэнцүү. Ижил найрлагатай худалдаанд бэлэн давсны холимог ашиглаж болно.

САНАМЖ – Хандалтыг тасралтгүй явуулах үүднээс хангалттай хэмжээний буфер-давсны холимогийг урьдчилан бэлтгэнэ.

**A.1.9 Натрийн гидроксидын уусмал, с = 5 моль/л-ийн агууламжтай:**

Натрийн гидроксидоос 2 г-ыг ойролцоогоор 5 мл усанд уусгаж, 10 мл болтол нь шингэлнэ.

**A.1.10 Хүйтэн ус (<4 °C).**

**A.1.11 Хуурай мөс.**

**A.1.12 Шингэн азот.**

**A.1.13 Хүхрийн хүчил с = 2,5 моль/л (5N)**

Хүхрийн хүчлээс (18 моль/л) 25 г-ыг 50 мл усанд уусгаж, 100 мл болтол нь шингэлнэ.

**A.1.14 Магнийн сульфат, усгүй, нарийн нунтаг,**

Шатаах зууханд шөнийн турш 550°C-т шатааж фталатыг зайлуулна.

**A.1.15 Анхдагч хоёрдогч амины сорбент (PSA)**

Бусад амин сорбентуудыг ашиглах бол ижил гэдгийг нотлоно, ялангуяа эцсийн хандан дах рН-ийн утга, шинжлэгдэхүүний алдагдал байгаа эсэх.

**A.1.16 C18 сорбент,**

Урвуу фазын C18 сорбент, төгсгөл нь Октадецилийн дүүргэлттэй (ODS ec/C18 ec).

**A.1.17 Графитжүүлсэн нүүрсэн сорбент (GCB)**

Бусад гафитжуулсан нүүрсэн сорбентыг ашиглах бол ижил гэдгийг нотлоно, ялангуяа эцсийн хандан дах рН-ийн утга, шинжлэгдэхүүний алдагдал байгаа эсэх.

**А.1.18** Ацетонитрилд уусгасан шоргоолжны хүчлийн уусмал, 100 мл эзэлхүүнд 5 мл шоргоолжны хүчил.

Шоргоолжны хүчлээс 0,5 мл-ийг (массын фракцын  $w \geq 95\%$ ) авч 10 мл ацетонитрилд уусгана.

Стандартын Төсөл

**Хүснэгт А.1 — Чанарын хяналт (QC) болон  
дотоод стандартууд (ISTDs)**

Нийлмэл	Log P <sup>a</sup>	Хлорын атом	$\rho^b$ [МКГ/МЛ] C <sub>ISTD</sub>	ХХ(GC)			ШХ(LC)		
				ЭБД (ECD)	АФД (NPD)	ДФД (FPD)	МС/МС эсхүл МСД EI (+)	МС/МС ESI (+)	МС/МС ESI (-)
Боломжит дотоод стандартууд									
ПХБ 18 <sup>c,d</sup> (PCB 18 <sup>c,d</sup> )	5,55	3	50	+++	-	-	++	-	-
ПХБ 28 <sup>c,d</sup> (PCB 28 <sup>c,d</sup> )	5,62	3	50	+++	-	-	++	-	-
ПХБ 52 <sup>c,d</sup> (PCB 52 <sup>c,d</sup> )	6,09	4	50	+++	-	-	++	-	-
Трифенилфосфат <sup>d</sup> Triphenylphosphate <sup>d</sup>	4,59	-	20	-	+++	+++	+++	+++	-
Трис-(1,3- дихлоризопротил)- фосфат Tris-(1,3 dichlorisopropyl) phosphate	3,65	6	50	+++	+++	+++	+++	+++	+
Трифенилметан <sup>4</sup> Triphenylmethane <sup>4</sup>	5,37	-	10	-	-	-	+++	-	-
2,4-Д <sup>13</sup> C <sub>6</sub> (цагираг) 2,4-D <sup>13</sup> C <sub>6</sub> (ring)	pH-с хамаар- на	2	10	-	-	-	-	-	+++
Хлорпирифос Д10 (диэтил Д10) <sup>4</sup> Chlorpyrifos D10 (diethyl D10) <sup>4</sup>	4,7	3	10	+++	+++	+++	+++	+++	-
Диурон Д6 (диметил Д6) Diuron D6 (dimethyl D6)	2,9	2	10	-	-	-	-	+++	-
Диазинон Д10 (диэтил Д10) Diazinon D10 (diethyl D10)	3,8	-	20	++	+++	+++	+++	+++	-
Металаксил Д6 (диметил Д6) Metalaxyl D6 (dimethyl D6)	1,65	0	10	-	++	-	+++	+++	-
Н,Н'-Бис-4-нитрофенил) мочевин <sup>e</sup> (BNPU) <sup>e</sup> N,N'-Bis-4 nitrophenyl) urea (BNPU) <sup>e</sup>	3,76	-	10	-	-	-	-	-	+++
Чанарын хяналтын стандартууд (алдаа гаргах шалтгааныг тодорхойлох зорилгоор шинжилгээнд ашигласан бусад дотоод стандартай ижил хольцонд агуулагдаж болно)									
ПХБ 138 <sup>d,f</sup> (PCB 138 <sup>d,f</sup> )	6,83	6	50	+++	-	-	+++	-	-

ПХБ 153 <sup>d,f</sup> (PCB 153 <sup>d,f</sup> )	7,75	6	50	+++	-	-	+++	-	-
Антрацен (эсхүл Антрацен Д10) <sup>g</sup> Anthracen (or D10 Anthracen) <sup>g</sup>	4,45	-	100	-	-	-	-	-	-
<p>а) Октанол - ус тархалтын коэффициент</p> <p>б) Төлөвлөсөн агууламж; уусгагч; ацетонитрил</p> <p>в) Цэвэрлэгээнд GCB-г ашиглаж байгаа үед тохиромжгүй</p> <p>д) Заалт Е6-г ашиглан тосны агуулга ихтэй үр тариаг шинжлэх үед тохиромжгүй</p> <p>е) Никарбизины бүрэлдэхүүн хэсэг</p> <p>ф) ПХБ 138 болон 153-н сэргэх зэрэг нь тосны агууламж өндөртэй дээжин дээр өснө. Хэрэв сэргээх үеийн дотоод стандартууд &gt; 70 % бол тосон уусдаг пестицидийн үл зөвшөөрөх хаягдалуудыг тооцохгүй.</p> <p>г) Антрацены үлдэгдэл нь &gt; 70 % байвал GCB-р цэвэрлэж буй планар пестицидийн үл зөвшөөрөх хаягдалуудыг тооцохгүй.</p> <p>+++ илэрц маш сайн ++ илэрц сайн + илэрц муу - илрэхгүй</p>									

## **A.2 Хандлалт (E), цэвэрлэгээ (C), бэхжүүлэхэд (S) ашиглах тоног төхөөрөмж**

Лабораторид түгээмэл ашиглагддаг дараах тоног төхөөрөмжүүд багтана.

### **A.2.1 Центрифугийн тюрб, эргэдэг тагтай 50мл:**

Жишээ нь:

- а)** поли-тетрафторэтилен 50 мл-ийн центрифугийн тагтай тюрб
- б)** полипропилен 50 мл-ийн центрифугийн тагтай тюрб

### **A.2.2 Ацетонитрилд ашиглах 10 мл уусгагч-дозлогч /Диспенсер/; хандлагч уугагчийг дозлох.**

### **A.2.3 Автомат пипетка - 10 мкл-100мкл, 200 мкл-ээс 1000 мкл хүртэл ба 1мл-ээс 10 мл-ийн хэмжээтэй эсхүл 10 мл хэмжээтэй шилэн пипетка**

### **A.2.4 Полипропилен 1 удаагийн центрифугийн тюрб эргэдэг тагтай 10 мл эсхүл 12 мл**

### **A.2.5 Холигч, хэвтээ, босоо эсхүл тойрог замаар сэгсрэгч, эргэлтийн хурд 200 мин<sup>-1</sup> дээш байна.**

### **A.2.6 Центрифуг, центрифугийн тюрбинд (A.2.1, A.2.4) тохирох, багадаа 3000 эрг/мин хурдтай.**

### **A.2.7 Өндөр хурдтай дисперсийн холигч, дисперсийн холигчийн диаметр нь ашиглаж буй центрифугийн тюрбны (A.2.1) хошуувчид тохирох.**

### **A.2.8 Бутлагч**

### **A.2.9 Халаагчтай сэгсрэгч, жишээ нь сэгсрэгч усан банн эсхүл AGYTAG SR1 CP57<sup>®</sup> загварын Cirtilab брендийн усан баннтай дүйцэхүйц**

Санамж – Энэхүү стандартад нэрлэгдсэн бүтээгдэхүүнүүдийг CEN-ийн зүгээс дэмжлэг үзүүлэх бус, уг стандартыг хэрэглэгч нарт давуу тал олгоход чиглэсэн юм. Хэрэв адил үр дүн үзүүлж чадна гэдгийг батлах боломжтой бол ижил төстэй бүтээгдэхүүнийг ашиглаж болно.

**A.2.10 Хөлдөөгч**,  $-18^{\circ}\text{C}$  хэмээс  $-25^{\circ}\text{C}$  хэмд ажилладаг.

**A.2.11 Шинжилгээний шил**, Хий болон шингэний хроматографийн сорьц авагчид тохирох 1,5 мл, шинжлэх дээжний хэмжээг багасгах бол бичил суулгац ашиглаж болно.

**A.2.12 Эргэдэг тагтай шилэн сав**, 10 мл эсхүл 20 мл, шаардлагатай тохиолдолд илүүдэл эцсийн хандыг хадгалах.

**A.2.13 Вортекс холигч.**

**A.3 Хандлах (E) заалтын тайлбар**

**A.3.1 Заалт E1: Ус нэмэхгүйгээр 10 г сорьцыг ацетонитрилээр хандлах**

**A.3.1.1 Зарчим**

Энэхүү хандлах аргыг 80%-иас дээш усны агуулгатай жимс, хүнсний ногоо, шүүс зэрэг ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Нэгэн төрлийн дээжийг хөлдөөж (боломжтой бол) ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (pH нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

**A.3.1.2 Шинжилгээний явц**

**A.3.1.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх  $10 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (A.2.1) хийнэ.

**A.3.1.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (A.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт A1-д заасан жишээний дагуу нэм.

**A.3.1.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (A.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл-ийг нэмээд түбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (A.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### А.3.1.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.1.2.3-ийн суспенцид нэмээд тубийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тубыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

#### А.3.1.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.1) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.1})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (А.2) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.2})$$

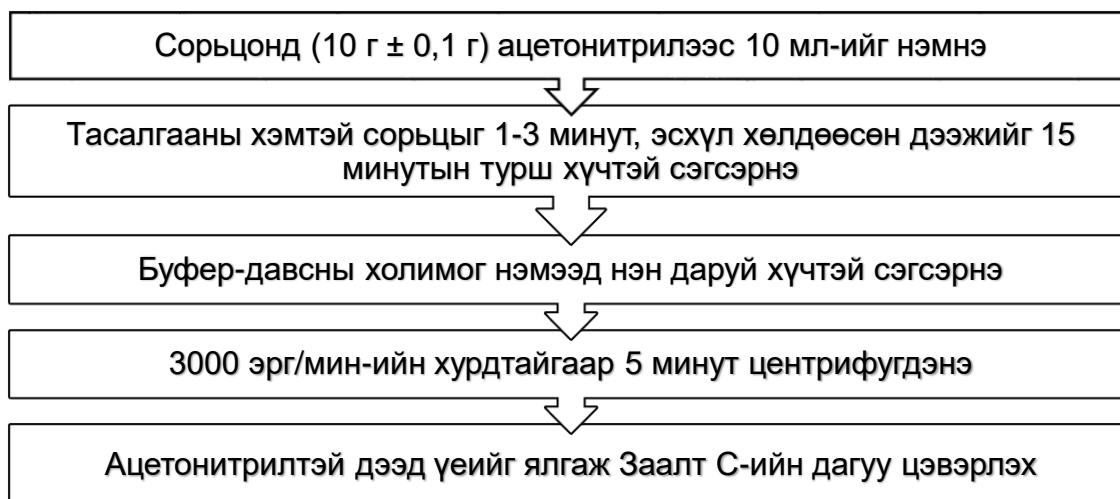
Эндээс

$\rho_{ISTD}^{add}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{ISTD}^{add}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{Ex}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

#### А.3.1.4 Заалт E1-ийн шинжилгээний диаграм



**А.3.2 Заалт E2: 10 г сорьцонд а) 0,6 мл эсхүл ) 0,2 мл 5 моль/л натрийн гидроксидын уусмал нэмсний дараа ус нэмэхгүйгээр ацетонитрилээр хандлах.**

##### А.3.2.1 Зарчим

Энэхүү хандлах аргыг 80%-иас дээш усны агуулгатай ургамлын гаралтай хүчиллэг хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Нимбэг зэрэг хэт хүчиллэг хүнсний бүтээгдэхүүнд 0,6 мл, бөөрөлзгөнө зэрэг сул хүчиллэг хүнсний бүтээгдэхүүнд 0,2 мл натрийн гидроксидын 5 моль/л-ийн уусмал нэмнэ. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Нэгэн төрлийн дээжийг хөлдөөж (боломжтой бол) ацетонитрилээр хандална. Натрийн гидроксид, магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

##### А.3.2.2 Шинжилгээний явц

###### А.3.2.2.1 Сорьц

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх  $10 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г} (m_{\text{sample}})$  сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (А.2.1) хийнэ.

###### А.3.2.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{ISTD}^{add}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.2.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{Ex}$ ) 10 мл, хүснэгт 6-ийн дагуу а) 0,6 мл (Заалт E2a) эсхүл б) 0,2 мл (Заалт E2b) натрийн гидроксидын 5 моль/л-ийн уусмалаас нэмээд тьюбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.2.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.2.2.3-ийн суспенцид нэмээд тьюбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тьюбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

#### **А.3.2.3 Тооцоолох**

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{sample}^{raw\ extract}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{sample}^{raw\ extract}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.3) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.3})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (A.4) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.4})$$

Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

#### А.3.2.4 Заалт E2-ын шинжилгээний диаграм



**А.3.3 Заалт E3: 10 г сорьцонд а) 2,5 мл эсхүл б) 4,5 мл ус нэмсний дараа ацетонитрилээр хандлах.**

#### А.3.3.1 Зарчим

Энэхүү хандлах аргыг 40-80%-ийн усны агуулгатай гадил жимс, шинэхэн ногоо зэрэг ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Хандлалтанд ойролцоогоор ерөнхийдөө 10 г ус байхаар тооцож нэгэн төрлийн сорьцонд ус нэмнэ. Нэгэн төрлийн дээжийг хөлдөөж (боломжтой бол) ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

### **А.3.3.2 Шинжилгээний явц**

#### **А.3.3.2.1 Усны нэмэлттэй сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх  $10 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г} (m_{\text{sample}})$  сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (А.2.1) хийнэ.

Хандлалтанд ойролцоогоор 10 г ус авахын тулд 40%-80%-ийн усны агуулгатай сорьцонд хангалттай хэмжээний хүйтэн ус (А.1.10) нэмж өгнө. Бүтээгдэхүүний төрлөөс (хүснэгт 6-г үз) хамааран а) 2,5 мл (Заалт Е3а) эсхүл б) 4,5 мл (Заалт Е3б) ус нэмнэ

#### **А.3.3.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.3.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл-ийг нэмээд түбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.3.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.3.2.3-ийн суспенцид нэмээд тубийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тубыг хэдэн секундйн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

### А.3.3.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.5) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.5})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (А.6) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.6})$$

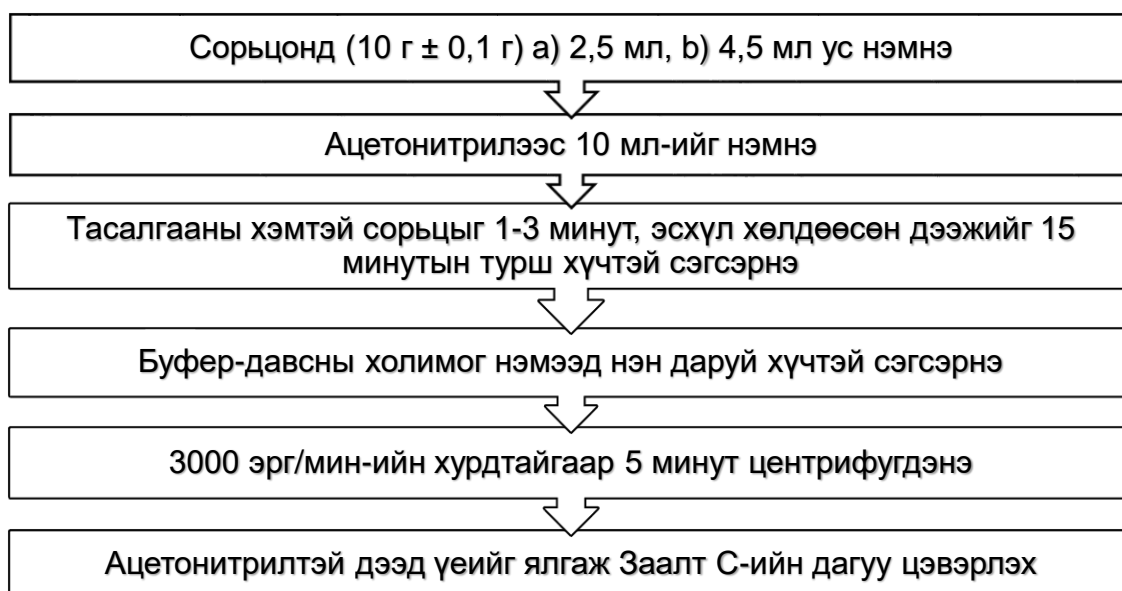
Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

### А.3.3.4 Заалт ЕЗ-ын шинжилгээний диаграм



#### **А.3.4 Заалт Е4: Усаар нэгэн төрлийн болгосон сорьцноос 13,5 г-ыг авч ацетонитрилээр хандлах**

##### **А.3.4.1 Зарчим**

Энэхүү хандлах аргыг 15%-40%-ийн усны агуулгатай хатаасан жимс болон түүнтэй төстэй бүтээгдэхүүн зэрэг ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Нэгэн төрлийн дээжийг хөлдөөж (боломжтой бол) ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

##### **А.3.4.2 Шинжилгээний явц**

###### **А.3.4.2.1 Сорьц**

Хөлдөөж хатаасан жимсний 850 г дээжинд хүйтэн ус (А.1.10) нэмээд, сорьц боловсруулах төхөөрөмжөөр (А.2.8) холимогийг (боломжтой бол хуурай мөс (А.1.11) нэмнэ) нэгэн төрлийн болгоно.

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх  $13,5 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г}$  сорьц ( $5 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьцонд харгалзах) авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (А.2.1) хийнэ.

###### **А.3.4.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### А.3.4.2.3 Эхний хандлалт

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{Ex}$ ) 10 мл-ийг нэмээд тьюбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### А.3.4.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.4.2.3-ийн суспенцид нэмээд тьюбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт  $>3000$  эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тьюбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

#### А.3.4.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.7) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \text{ (г / мл)} = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.7})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{Ex}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{ISTD}^{raw\ extract}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх (A.8) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{ISTD}^{raw\ extract} (\mu g / ml) = \frac{\rho_{ISTD}^{add} - V_{ISTD}^{add}}{V_{Ex}} \quad (A.8)$$

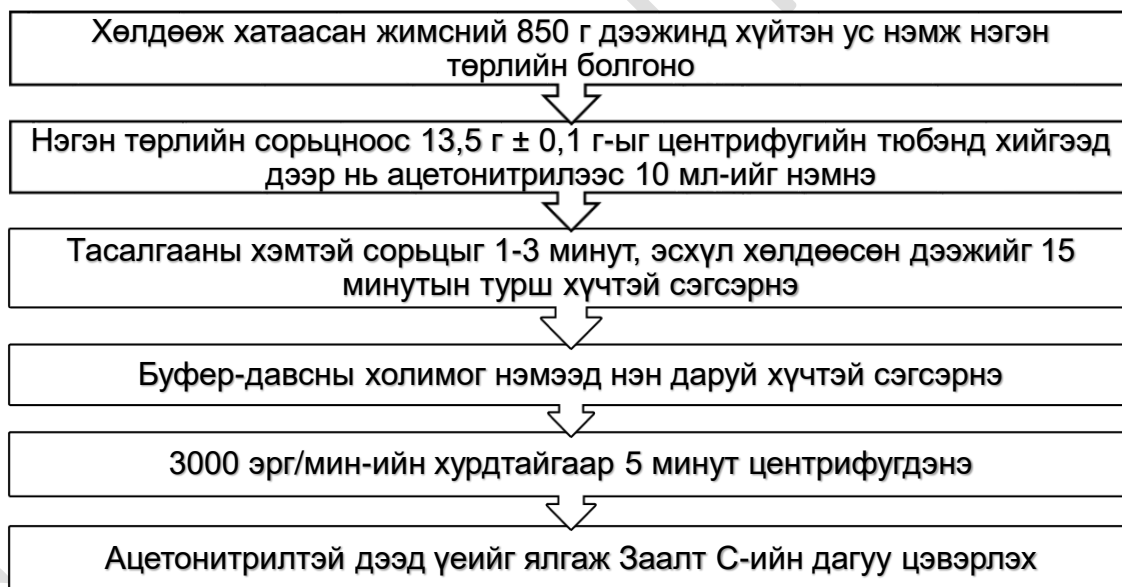
Эндээс

$\rho_{ISTD}^{add}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{ISTD}^{add}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{Ex}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

#### А.3.4.4 Заалт E4-ийн шинжилгээний диаграм



#### А.3.5 Заалт E5: 5 г сорьцонд 10мл ус нэмж, ацетонитрилээр хандлах.

##### А.3.5.1 Зарчим

Энэхүү хандлах аргыг усны агуулга 15%-иас бага үр тариа, тэдгээрийн бүтээгдэхүүн болон зөгийн бал зэрэг ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Нэгэн төрлийн сорьцонд 10 мл ус нэмж, ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (pH нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана.

Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

### **А.3.5.2 Шинжилгээний явц**

#### **А.3.5.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх сорьц болгон  $5 \text{ г} \pm 0,05 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (А.2.1) хийгээд дээр нь 10 мл хүйтэн ус (А.1.10) нэмнэ. Удаан хугацаанд хөөлт үүсэх нөлөөллийг шалгах шаардлагатай.

#### **А.3.5.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.5.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл-ийг нэмээд түбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.5.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.5.2.3-ийн суспенцид нэмээд түбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт  $>3000$  эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн түбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

### А.3.5.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.9) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.9})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (А.10) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.10})$$

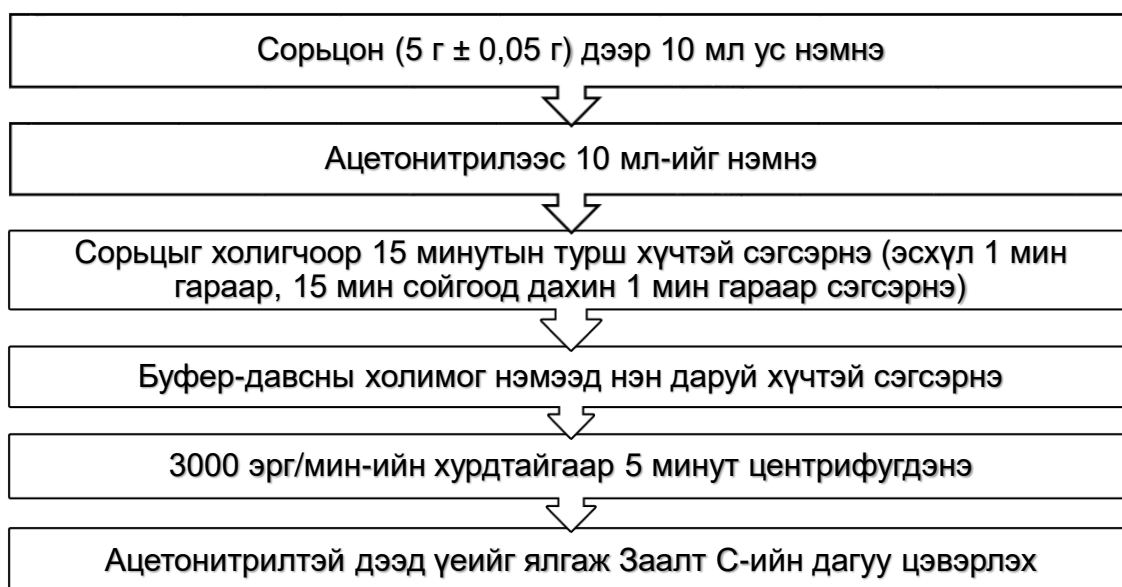
Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

### А.3.5.4 Заалт Е5-ын шинжилгээний диаграм



### **А.3.6 Заалт Е6: 5 г сорьцонд 6 мл ус нэмж, ацетонитрилээр хандлах**

#### **А.3.6.1 Зарчим**

Энэхүү хандлах аргыг 45%-80%-ийн усны агуулгатай сармис, авокадо г.м. матрицын нөлөөлөл ихтэй эсхүл өөх тосны агууламж өндөр (>5%) ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Хандан дах нийт усны хэмжээ ойролцоогоор 10 г байхаар тооцон нэгэн төрлийн сорьцон дээр 6 мл ус нэмнэ. Нэгэн төрлийн дээжийг хөлдөөж (боломжтой бол) ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

#### **А.3.6.2 Шинжилгээний явц**

##### **А.3.6.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх сорьц болгон  $5 \text{ г} \pm 0.05 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (А.2.1) хийгээд дээр нь 6 мл хүйтэн ус (А.1.10) нэмнэ.

##### **А.3.6.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

##### **А.3.6.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{Ex}$ ) 10 мл-ийг нэмээд тьюбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### А.3.6.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.6.2.3-ийн суспенцид нэмээд тьюбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тьюбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

#### А.3.6.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.11) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \left( \text{г} / \text{мл} \right) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.11})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{ISTD}^{raw\ extract}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (A.12) тооцоолно:

$$\rho_{ISTD}^{raw\ extract} (\mu g / ml) = \frac{\rho_{ISTD}^{add} - V_{ISTD}^{add}}{V_{Ex}} \quad (A.12)$$

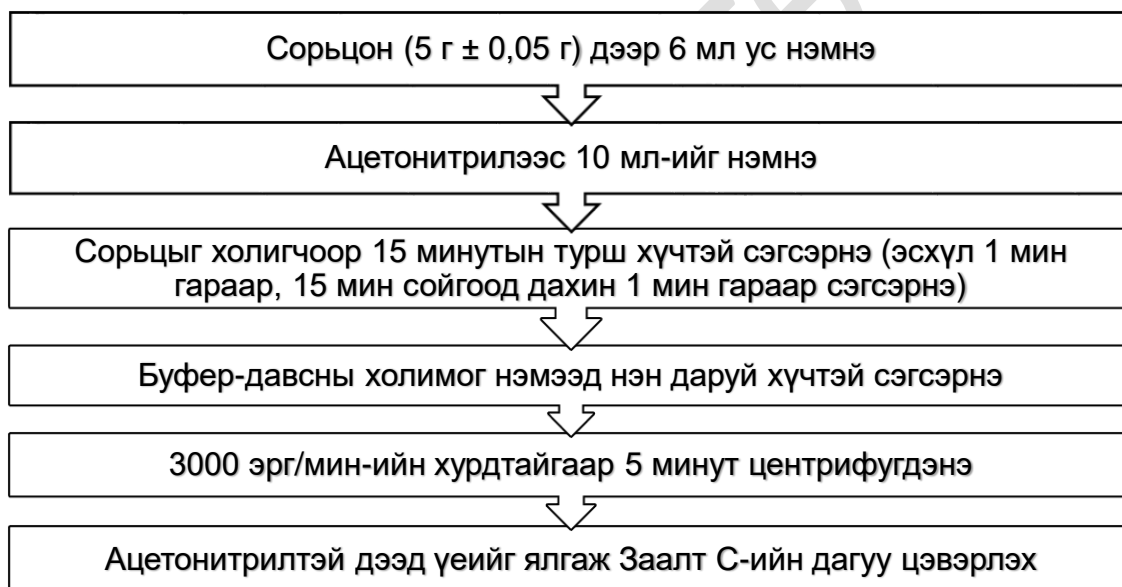
Эндээс

$\rho_{ISTD}^{add}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{ISTD}^{add}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{Ex}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

#### А.3.6.4 Заалт Е6-ийн шинжилгээний диаграм



#### А.3.7 Модуль Е7: 2 г сорьцонд 10 мл ус нэмж, ацетонитрилээр хандлах

##### А.3.7.1 Зарчим

Энэхүү хандлах аргыг усны агуулга (<10%) багатай халуун ногоо, кофе, тамхи, цай зэрэг матрицын нөлөөлөл ихтэй ургамлын гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүнд ашиглана. Мөн 80%-иас дээш усны агуулгатай хөлдөөж хатаасан бүтээгдэхүүнүүдэд ашиглаж болно. Уг аргаар хандлах түүхий эдийн жагсаалтыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Нэгэн төрлийн сорьцонд (2 г) 10 мл ус нэмж, ацетонитрилээр хандална. Магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ.

### **А.3.7.2 Шинжилгээний явц**

#### **А.3.7.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх сорьц болгон  $2 \text{ г} \pm 0.02 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн тьюбэд (А.2.1) хийгээд дээр нь 10 мл хүйтэн ус (А.1.10) нэмнэ. Удаан хугацаанд хөөлт үүсэх нөлөөллийг шалгах шаардлагатай.

#### **А.3.7.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.7.2.3 Эхний хандлалт**

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл-ийг нэмээд тьюбыг таглаж, тасалгааны температуртай сорьцыг 1-3 минут эсхүл хөлдөөсөн сорьцыг 15 минут холигч (А.2.5) ашиглан сэгсэрнэ.

Сорьцыг хөлдүү эсхүл гэсгээж хандлалтыг явуулна. Хэрэв сорьцыг тасалгааны хэмд хандалсан бол тодорхойлох гэж буй пестицидүүдийн задрал явагдаагүй эсэхийг батлана. Хэрэв сэргээгдэх чадварын хурдад илт нөлөө үзүүлэхгүй бол хандлах хугацааг уртасгаж болно.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.7.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.7.2.3-ын суспенцид нэмээд тьюбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт  $>3000$  эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тьюбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

### А.3.7.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.13) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.13})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (А.14) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{А.14})$$

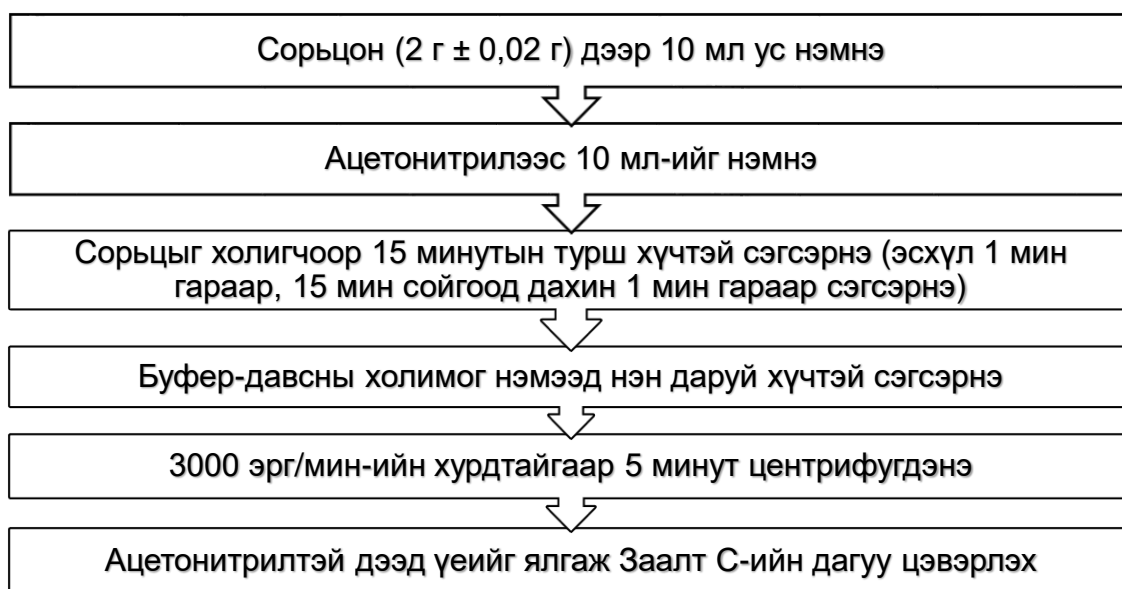
Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

### А.3.7.4 Заалт E7-ийн шинжилгээний диаграм



**А.3.8 Заалт E8: 10 г сорьцонд ус нэмэхгүйгээр, шүлтэд тогтворгүй эфирүүд болон конъюгатуудыг нэгэн зэрэг шүлтийн гидролизид оруулж, ацетонитрилээр хандлах**

**А.3.8.1 Зарчим**

Энэхүү хандлах аргаар хүчиллэг пестицидүүдийг тодорхойлох ба шүлтлэг орчинд гидролизид ордог эсхүл орох боломжтой чөлөөт хүчил болон нийлмэл эфир, конъюгатуудын үлдэгдлийг зөвшөөрөгдөх дээд хэмжээний түвшинд байгаа эсэхийг шинжилгээгээр тогтооход ашиглана. Уг хандлах аргаар 2,4-Д, 2,4-ДБ, клопиралид, дихлорпроп(-P), флуазифоп(-P), флюроксипир, галоксифоп болон МЦПА/ МЦПБ-ийн нийлмэл эфирүүд болон конъюгатуудыг гидролизид оруулах сонгомол нөхцөлийг заав. Эдгээр нэгдлүүдийн ихэнх эфирүүд нь өгөгдсөн нөхцөлд эквивалент харьцаагаар гидролизид ордог. Энэхүү хандлах арга нь бентазоны –6-ОН болон 8-ОН уламжлалууд, дикамба ба пиридатын конъюгатуудад хамаарахгүй. Уг хандлах аргыг Хүснэгт 6-ийн дагуу E1, E2a эсхүл E2b аргачлалаар хандалсан ургамлын гаралтай, хоол хүнсэнд ашиглана.

Хэт хүчиллэг (нимбэг, лайм зэрэг E2a аргачлалаар ихэнхидээ хандлагддаг) бүтээгдэхүүний сорьцын грамм тутамд 1 ммоль натрийн гидроксид эсхүл бусад бүх бүтээгдэхүүнүүдэд 0,5 ммоль натрийн гидроксид нэмсний дараа нэгэн төрлийн сорьцыг 40°C-ийн хэмд ацетонитрилээр хандална. Хүхрийн хүчил (саармагжуулах зорилгоор), магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (pH нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимогийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ. Анхдагч, хоёрдогч амины сорбент нь чөлөөт хүчлүүдийг алддаг тул C2, C3, C4 болон C5 аргачлалыг ашиглахаас зайлсхий.

**А.3.8.2 Шинжилгээний явц**

#### **А.3.8.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан дээжээс төлөөлөх сорьц болгон  $10 \text{ г} \pm 0.1 \text{ г}$  ( $m_{\text{sample}}$ ) сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн тьюбэд (А.2.1) хийнэ.

Нимбэг, лайм зэргийг саармагжуулахын тулд хүчиллэгийн хэмжээг харгалзан үзэх шаардлагатай, учир нь хэт хүчиллэг бүтээгдэхүүний сорьцонд натрийн гидроксидын уусмалын эзэлхүүн нь зөвхөн пропорциональ хэмжээгээр зарцуулагдсан тохиолдолд буурдаг.

#### **А.3.8.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (А.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.8.2.3 Эхний хандлалт болон гидролиз**

Хэт хүчиллэг (нимбэг, лайм зэрэг E2a аргачлалаар ихэнхидээ хандлагддаг) бүтээгдэхүүний сорьцын грамм тутамд 1 ммоль натрийн гидроксид эсхүл бусад бүх бүтээгдэхүүнүүдэд 0,5 ммоль натрийн гидроксид нэмсний дараа нэгэн төрлийн сорьцыг 40°C-ийн хэмд ацетонитрилээр хандална.

Ацетонитрилээс (А.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл-ийг нэмээд, хэт хүчиллэг (E2a аргачлалаар ихэнхидээ хандлагддаг) бүтээгдэхүүнд 5 ммоль/л натрийн гидроксидийн (А.1.9) уусмалаас 2,0 мл, бусад бүтээгдэхүүнд натрийн гидроксидийн (А.1.9) 5 ммоль/л-ийн уусмалаас 1,0 мл-ийг нэмнэ. Түбийг таглаад халаагчтай холигч (А.2.9) ашиглан 40°C хэмд 30 минутын турш эрчимтэй сэгсэрнэ. Саармагжуулалтанд 2,5 моль/л хүхрийн хүчлээс (А.1.13) 1,4 мл-ийг хэт хүчиллэг бүтээгдэхүүнд, бусад бүтээгдэхүүнд 2,5 моль/л (А.1.13) хүхрийн хүчлээс 1,0 мл-ийг нэмнэ.

Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (А.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.8.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (А.1.8) А.3.8.2.3-ын суспенцид нэмээд түбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (А.2.5 эсхүл А.2.9) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт С0 эсхүл С1-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн тьюбыг хэдэн секундйн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

### А.3.8.3 Тооцоолох

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (А.15) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.15})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (А.16) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.16})$$

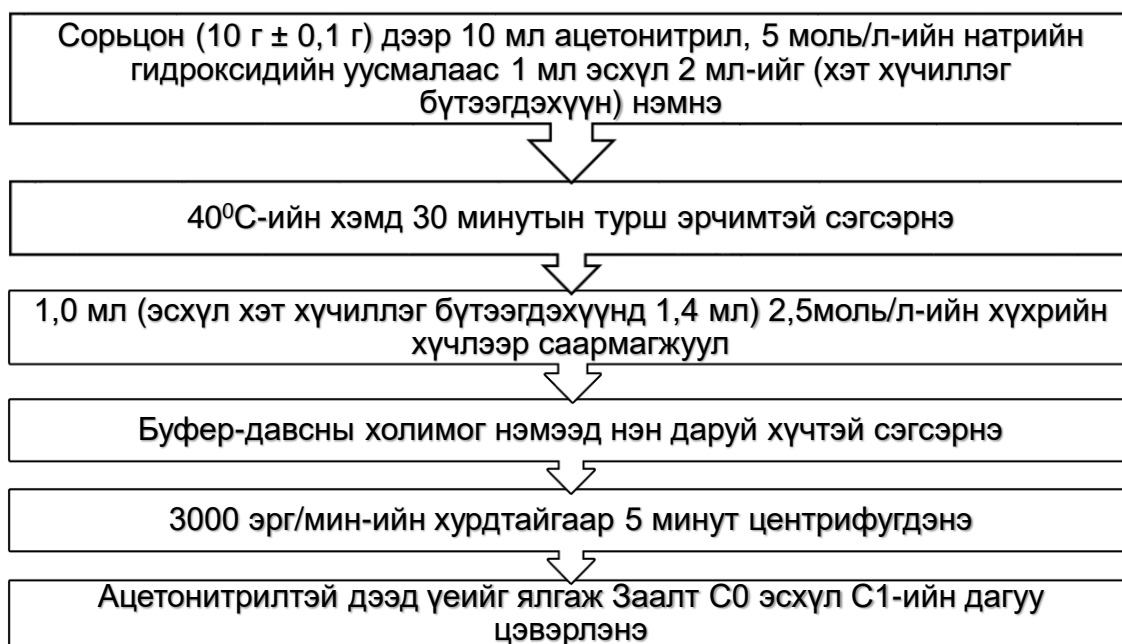
Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

### А.3.8.4 Заалт E8-ын шинжилгээний диаграм



**А.3.9 Заалт Е9: 2 г эсхүл 5 г сорьцыг ус нэмж, шүлтэд тогтворгүй эфирууд болон конъюгатуудыг нэгэн зэрэг шүлтийн гидролизид оруулж, ацетонитрилээр хандлах**

**А.3.9.1 Зарчим**

Энэхүү хандлах аргаар хүчиллэг пестицидүүдийг тодорхойлох ба шүлтлэг орчинд гидролизид ордог эсхүл орох боломжтой чөлөөт хүчил болон нийлмэл эфир, конъюгатуудын үлдэгдлийг зөвшөөрөгдөх дээд хэмжээний түвшинд байгаа эсэхийг шинжилгээгээр тогтооход ашиглана. Уг хандлах аргаар 2,4-Д, 2,4-ДБ, клопиралид, дихлорпроп(-Р), флуазифоп(-Р), флюроксипир, галоксифоп болон МЦПА/ МЦПБ-ийн нийлмэл эфирууд болон конъюгатуудыг гидролизид оруулах сонгомол нөхцөлийг заав. Эдгээр нэгдлүүдийн ихэнх эфирууд нь өгөгдсөн нөхцөлд эквивалент харьцаагаар гидролизид ордог. Энэхүү хандлах арга нь бентазоны –6-ОН болон 8-ОН уламжлалууд, дикамба ба пиридатын конъюгатуудад хамаарахгүй. Уг хандлах аргыг Хүснэгт 6-ийн дагуу Е5, Е6 эсхүл Е7 аргачлалаар хандалсан ургамлын гаралтай, хоол хүнсэнд ашиглана.

Натрийн гидроксидийн 1 ммоль уусмалаас 5 г сорьцын грамм тутамд, 2 г сорьцын грамм тутамд 2,5 ммоль натрийн гидроксид нэмсний дараа нэгэн төрлийн дээжийг 40°C-ийн хэмд ацетонитрилээр хандална. Хүхрийн хүчил (саармагжуулах зорилгоор), магнийн сульфат, натрийн хлорид, цитрат буферийн давс (рН нь 5,0-5,5) нэмсний дараа холимгийг эрчимтэй сэгсэрч, центрифуг ашиглан фазыг салгана. Шаардлагатай тохиолдод ялгасан органик фазын үеийг цэвэрлэх шатын аргачлалын дагуу цэвэрлэнэ. Анхдагч, хоёрдогч амины сорбент нь чөлөөт хүчлүүдийг алддаг тул С2, С3, С4 болон С5 аргачлалыг ашиглахаас зайлсхий.

### **А.3.9.2 Шинжилгээний явц**

#### **А.3.9.2.1 Сорьц**

Нэгэн төрлийн болгож бутласан E5 болон E6 аргачлалаар хандлагддаг бүтээгдэхүүнээс төлөөлөх сорьц болгон  $5 \text{ г} \pm 0.05 \text{ г} (m_{\text{sample}})$ , E7-оор хандлагддаг бүтээгдэхүүнээс төлөөлөх сорьц болгон  $2 \text{ г} \pm 0.02 \text{ г} (m_{\text{sample}})$  сорьц авч 50 мл-ийн центрифугийн түбэд (A.2.1) хийнэ.

#### **А.3.9.2.2 Дотоод стандартын (ISTD) нэмэлт**

Нэг буюу хэд хэдэн нэгдлүүд агуулсан дотоод стандартыг (A.1.2) тодорхой бага ( $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$ , жишээлбэл, 100 мкл) хэмжээтэйгээр хүснэгт А1-д заасан жишээний дагуу нэм.

#### **А.3.9.2.3 Эхний хандлалт болон гидролиз**

Аргачлал E5 эсхүл E7-оор хандлагддаг бүтээгдэхүүнд 10 мл ус (A.1.10), E6 аргачлалаар хандлагддаг бүтээгдэхүүнд 6 мл ус (A.1.10) нэмнэ.

Ацетонитрилээс (A.1.3) ( $V_{\text{Ex}}$ ) 10 мл, натрийн гидроксидийн (A.1.9) 5 ммоль/л-ийн уусмалаас 1,0 мл-ийг тус тус нэмнэ. Түбийг таглаад халаагчтай холигч (A.2.9) ашиглан  $40^{\circ}\text{C}$  хэмд 30 минутын турш эрчимтэй сэгсэрнэ. Саармагжуулалтанд 2,5 моль/л (A.1.13) хүхрийн хүчлээс 1,0 мл-ийг нэмнэ. Хэрэв сорьцын бутлалт хангалтгүй бол хандлалтыг өндөр хурдтай дисперсийн холигчоор (A.2.7) хөнгөвчилж болно. Энэ тохиолдолд дисперсжүүлж холих шатанд дотоод стандартыг нэмэх шаардлагатай. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмж нь сорьц болон ацетонитрилийн холимогийг 2 минутын турш өндөр хурдтайгаар бутлаж холино. Дисперсжүүлж холих төхөөрөмжийг дараагийн сорьцод хэрэглэхээс өмнө хөндлөнгийн бохирдлоос зайлсхийж сайтар цэвэрлэнэ.

#### **А.3.9.2.4 Хоёр дахь хандлалт ба ялгалт**

Бэлтгэсэн буфер давсны холимогийг (A.1.8) А.3.9.2.3-ын суспенцид нэмээд түбийг таглаж, гараараа 1 минут эсхүл холигч (A.2.5 эсхүл A.2.9) ашиглан 3 минут эрчимтэй сэгсэрч, центрифугт  $>3000$  эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут эргүүлнэ.

Ацетонитрилийн дээд үеийг нэн даруй ялган салгаж, ялгасан түүхий хандыг заалт C0 эсхүл C1-ийн дагуу цэвэрлэнэ.

Устай тохиолдолд магнийн сульфат нь бөөгнөрч, хурдан хатуурдаг. Үүнээс зайлсхийхийн тулд давсны холимогийг нэмсний дараа нэн даруй центрифугийн түбыг хэдэн секундийн турш хүчтэй сэгсэрнэ.

Бүх сорьцонд давс нэмсний дараа багцыг бүхэлд нь 1 эсхүл 3 минутын зэрэгцээ хандлалтыг гүйцэтгэж болно.

### **А.3.9.3 Тооцоолох**

Сорьцын түүхий хандын  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь хандлагдсан үлдэгдэл болон хандалсан эзэлхүүн зэрэг сорьцын тоо хэмжээний харьцаагаар илэрхийлэгдэнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэх ба доорх (A.17) томъёогоор тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \frac{m_{\text{sample}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.17})$$

Эндээс

$m_{\text{sample}}$  сорьцын масс, г.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

Түүхий хандан дах  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) массын агууламжийг доорх томъёогоор (A.18) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{raw extract}} (\mu\text{г} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} - V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \quad (\text{A.18})$$

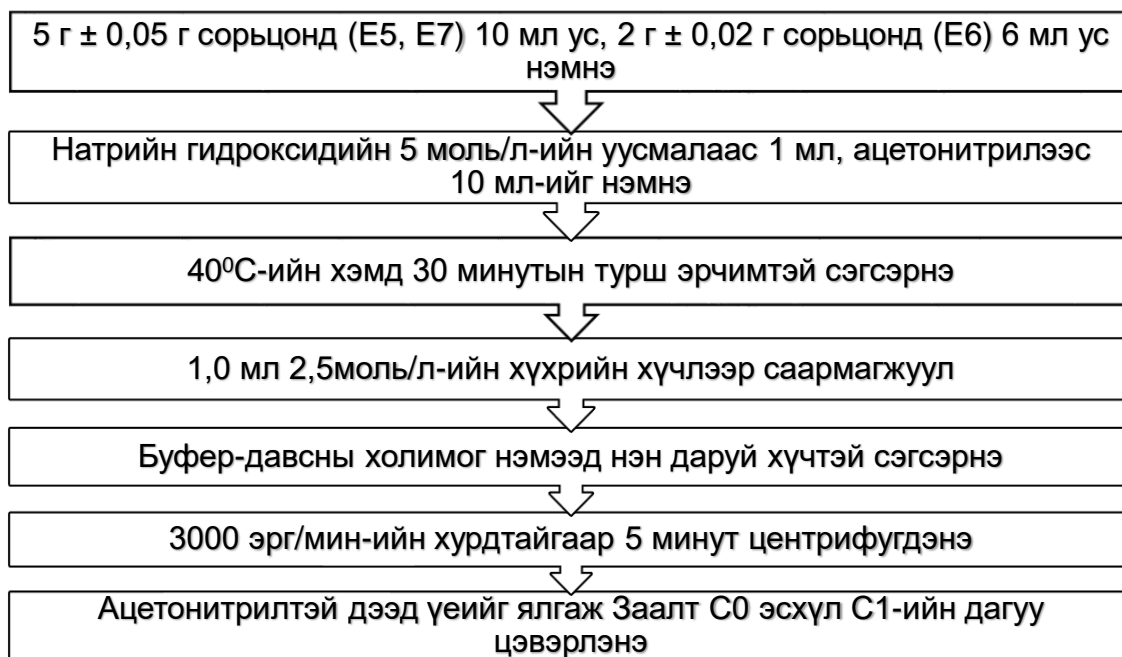
Эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандартын уусмалын массын агууламж, мкг/мл.

$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл.

$V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах гарсан органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл.

#### А.3.9.4 Заалт E8-ын шинжилгээний диаграм



#### **А.4 Цэвэрлэх (С) аргачлалын тайлбар**

##### **А.4.1 Аргачлал C0: Цэвэрлэгээгүй горим**

###### **А.4.1.1 Зарчим**

Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг C2-C5-д ашиглагддаг анхдагч хоёрдогч амины сорбенттой холбогддог, E1-E9 аргачлалаар хандлагддаг шүлтлэг орчинд тогтворгүй, хүчиллэг пестицидүүдийг ( $pK_a < 5$ ) тодорхойлоход ашиглана. Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг матрицын нөлөөлөл багатай бүтгээдэхүүний шинжилгээнд мөн ашиглаж болно. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E1-E9-өөр гарган авсан түүхий хандын цэвэрлэх үе шатыг алгасан хандын бэхжүүлэлт (аргачлал S) хийж болох ба зайлшгүй нөхцөлд шингэлж болно.

###### **А.4.1.2 Шинжилгээний явц**

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

###### **А.4.1.3 Тооцоолол**

Эцсийн хандан дах  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ.

Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.19)

тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.19})$$

эндээс

$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$	түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн , мл-ээр

Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.20) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.20})$$

эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	нэмсэн дотоод стандарт уусмалын массын агууламж, мкг/мл-ээр
$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр
$V_{\text{Ex}}$	хандлалтын дараах органик фазын эзлэхүүн (ихэвчлэн 10 мл) , мл
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн , мл-ээр

#### A.4.1.4 Аргачлал C0-ийн диаграм

Шингэрүүл (боломжтой бол), аргачлал S-ийг ашигла

#### A.4.2 Аргачлал C1: Өөх тос, лав, нүүрс ус зэргийг хөлдөөн хандалж цэвэрлэх

##### A.4.2.1 Зарчим

Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг өөх тосны агуулга өндөртэй хандын тосыг багасгахын тулд E2, E5, E6, E8 болон E9 аргачлалаар гаргаж авсан хандад ашиглана. Үүнийг мөн бусад цэвэрлэх аргачлалтай (C2, C3, C5) хослуулан ашиглаж болно. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E2, E5, E6, E8 болон E9-өөр хандалсан түүхий хандыг хөлдөөж өөх тосноос нь зайлуулдаг. Гаргаж авсан хандыг бусад цэвэрлэх аргачлалуудаар цэвэрлэх эсхүл хандыг бэхжүүлж (аргачлал S) ашиглаж болно.

#### A.4.2.2 Шинжилгээний явц

Аргачлал E2, E5 болон E6-аар гаргаж авсан ацетонитрилийн фазаас 8 мл-ийг центрифугийн тубинд (A.2.4) хийж, хөлдөөгчид (A.2.10) шөнийн турш хадгална (гурилын хувьд 2 цаг хангалттай), ингэснээр өөх тос, лавын ихэнх хэсэг нь хатуурч, тунадас үүсгэдэг. Хүйтэн хандыг (шаардлагатай бол) богино хугацаанд центрифугдсэний дараа хүйтэн ханднаас 6 мл-ыг авч цаашид C2, C3 болон C5 аргачлалаар цэвэрлэх эсхүл бэхжүүлэхэд (аргачлал S) ашиглана.

Санамж: Хөлдөөх нь нүүрс ус гэх мэт ацетонитрилд уусах чадвар нь хязгаарлагдмал хамт хандлагддаг зарим нэмэлт бодисуудыг дээжнээс хэсэгчлэн зайлуулахад тусална.

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

#### A.4.2.3 Тооцоолол

Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.21) тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.21})$$

эндээс

$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$	түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	төхирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

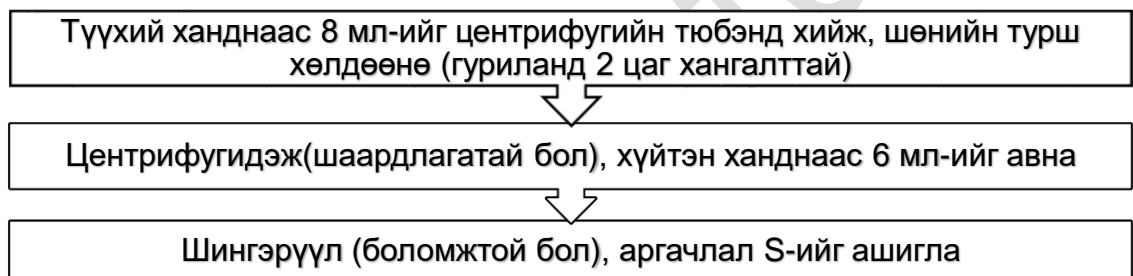
Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.22) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.22})$$

ЭНДЭЭС

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	нэмсэн дотоод стандарт уусмалын масын агууламж, мкг/мл-ээр
$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр
$V_{\text{Ex}}$	хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл) , мл-ээр
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн , мл-ээр

#### А.4.2.4 Аргачлал С1-ийн диаграм



#### А.4.3 Аргачлал С2: Амин сорбенттой (PSA) дисперсийн хатуу фазын хандлалтаар (dSPE) цэвэрлэх

##### А.4.3.1 Зарчим

Энэхүү цэвэрлэгээний аргачлал нь **энд/цаашид** дурдаагүй бүхий л бүтээгдэхүүнд саармаг болон шүлтлэг пестицидүүдийг тодорхойлоход аргачлал E1-E4 болон E6-аар гарган авсан ханданд ашиглана. Үүнийг мөн аргачлал С1-ээр цэвэрлэсэн цитрусын жимсний ханданд ашиглаж болно. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E1- E4 ба E6-аар гарган авсан түүхий хандыг анхдагч хоёрдогч амины сорбент (PSA) ашиглан дисперсийн хатуу фазын хандлалтаар (dSPE) цэвэрлэнэ. Цэвэрлэсэн хандыг бэхжүүлж (аргачлал S) ашиглаж болно.

##### А.4.3.2 Шинжилгээний явц

Аргачлал E1-E4 болон E6-аар гарган авсан ацетонитрилийн фазаас 6 мл-ийг 150 мг PSA (A.1.15), 900 мг магнийн сульфат (A.1.14) агуулсан нэг удаагийн полипропилен түб (A.2.4)-руу хийнэ. Түбийг таглаж, шаардлагатай бол холигч (A.2.5) ашиглан 30 секундын турш эрчимтэй

сэгсэрч, >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут центрифугдэнэ. Тунгалаг хандыг нэн даруй ялгаж, шаардлагатай бол аргачлал S-ийн дагуу хүчиллэгжүүл.

Хандын 1 мл-т 150 мг магнийн сульфат, 25 мг PSA шаардлагатай.

САНАМЖ Цуврал багц сорьцыг хандлахаас өмнө центрифугийн тубийг дисперсийн хатуу фазын хандлагч сорбентоор цэнэглэсэн байх нь хэрэгтэй.

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

#### A.4.3.3 Тооцоолол

Эцсийн хандан дах  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.23) тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г / мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.23})$$

эндээс

$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;  
 $V_1$  түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр  
 $V_2$  тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.24) тооцоолно:

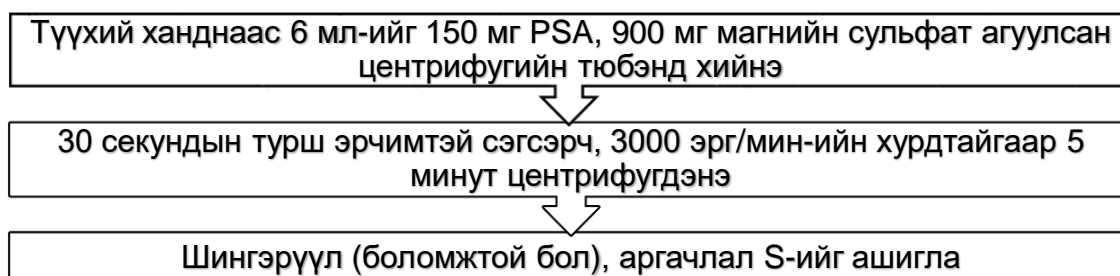
$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг / мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.24})$$

эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандарт уусмалын массын агууламж, мкг/мл-ээр  
 $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр

$V_{Ex}$	хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл) , мл-ээр
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн , мл-ээр

#### А.4.3.4 Аргачлал С2-ын диаграм



#### А.4.4 Аргачлал С3: Хандыг а) 50 мг/мл эсхүл б) 75 мг/мл их хэмжээний амин сорбент (PSA)-той дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)- аар цэвэрлэх

##### А.4.4.1 Зарчим

Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг E5 (жишээ нь, үр тариа, тэдгээрийн бүтээгдэхүүн, гурил г.м) болон E7 (кофе, цай, хатаасан амтлагч, халуун ногоо гэх мэт) аргачлалуудаар гарган авсан хандыг цэвэрлэхэд, ялангуяа усны агуулга багатай ургамлийн гаралтай хүнсний бүтээгдэхүүн дэх саармаг болон шүлтлэг пестицидүүдийг тодорхойлоход ашиглана. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E5 ба E7-оор гаргаж авсан хандыг анхдагч хоёрдогч амины сорбент (PSA)-ийн хэмжээг нэмэгдүүлсэн дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)-аар цэвэрлэнэ. Цэвэрлэсэн хандыг бэхжүүлж (аргачлал S) ашиглаж болно.

##### А.4.4.2 Шинжилгээний явц

Аргачлал E5 эсхүл E7-оор гарган авсан ацетонитрилийн фазаас 6 мл-ийг а) 300 мг PSA (А.1.15) (аргачлал С3а) эсхүл б) 450 мг PSA (аргачлал С3б) ба 900 мг магнийн сульфат (А.1.14) агуулсан нэг удаагийн полипропилен түбэд (А.2.4) хийнэ. Түбийг таглаж, шаардлагатай бол холигч (А.2.5) ашиглан 30 секундын турш эрчимтэй сэгсэрч, >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут центрифугдэнэ. Тунгалаг хандыг нэн даруй ялгаж, шаардлагатай бол аргачлал S-ийн дагуу хүчиллэгжүүл.

Хандын 1 мл-т 150 мг магнийн сульфат, а) 50 мг PSA эсхүл б) 75 мг PSA шаардлагатай.

САНАМЖ Цуврал багц сорьцыг хандлахаас өмнө центрифугийн тубийг дисперсийн хатуу фазын хандлагч сорбентоор цэнэглэсэн байх нь хэрэгтэй.

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

#### А.4.4.3 Тооцоолол

Эцсийн хандан дах  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.25) тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.25})$$

эндээс

- $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;
- $V_1$  түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
- $V_2$  тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

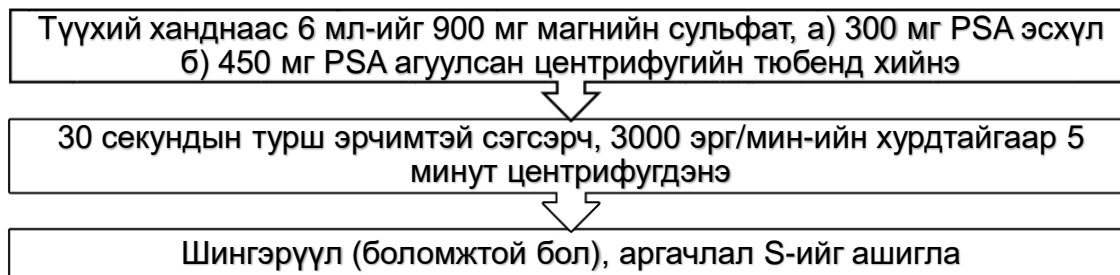
Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.26) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.26})$$

эндээс

- $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  нэмсэн дотоод стандарт уусмалын массын агууламж, мкг/мл-ээр
- $V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$  сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр
- $V_{\text{Ex}}$  хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл-ээр
- $V_1$  түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
- $V_2$  тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

#### А.4.4.4 Аргачлал С3-ын диаграм



#### А.4.5 Аргачлал С4: Амины (PSA) болон урвуу фаз (C18)-ын цахиурт суурьт сорбентийн холимогоор дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)- аар цэвэрлэх

##### А.4.5.1 Зарчим

Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг цэвэрлэгээг нэг шатанд багтааж, тосыг багасгахын тулд аргачлал E2, E5 эсхүл E6-аар гаргаж авсан хандад ашиглана. Уг аргыг жишээлбэл цитрусын жимснүүд, үр тариа, тэдгээрийн бүтээгдэхүүн, авокадо болон чидун жимсэнд цэвэрлэгээний аргачлал C1 ба C2-ыг дарааллан хослуулж хэрэглэдэг аргын оронд хэрэглэж болно. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E2, E5 болон E6-аар гаргаж авсан түүхий хандыг анхдагч хоёрдогч амины сорбент (PSA) болон урвуу фазын C18 сорбентийн холимог ашиглан дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)-аар цэвэрлэнэ. Цэвэрлэсэн хандыг бэхжүүлж (S модуль) ашиглаж болно.

##### А.4.5.2 Шинжилгээний явц

Аргачлал E2, E5 эсхүл E6 -аар гарган авсан ацетонитрилийн фазаас 6 мл-ийг 150 мг PSA (A.1.15), 150 мг C18 сорбент (A.1.16) болон 900 мг магнийн сульфат (A.1.14) агуулсан нэг удаагийн полипропилен тюбэд (A.2.4) хийнэ. Тюбийг таглаж, шаардлагатай бол холигч (A.2.5) ашиглан 30 секундын турш эрчимтэй сэгсэрч, >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут центрифугдэнэ. Тунгалаг хандыг нэн даруй ялгаж, шаардлагатай бол аргачлал S-ийн дагуу хүчиллэгжүүл.

Хандын 1 мл-т 150 мг магнийн сульфат, 25 мг PSA, 25 мг C18 сорбент шаардлагатай.

САНАМЖ Цуврал багц сорьцыг хандлахаас өмнө центрифугийн тюбийг дисперсийн хатуу фазын хандлагч сорбентоор цэнэглэсэн байх нь хэрэгтэй.

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох

уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

#### A.4.5.3 Тооцоолол

Эцсийн хандан дах  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.27) тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.27})$$

эндээс

$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$	түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

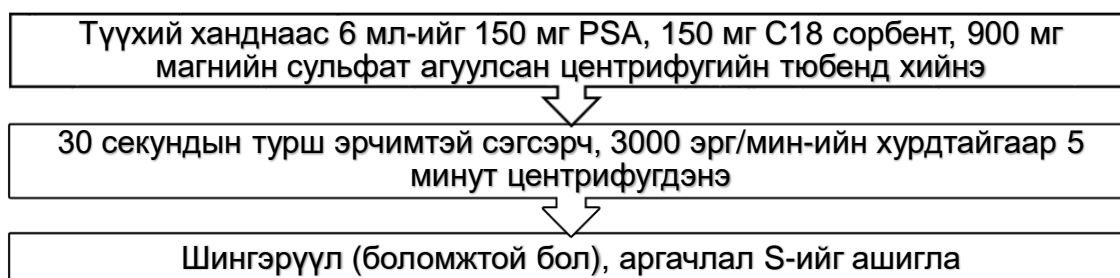
Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.28) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.28})$$

эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	нэмсэн дотоод стандарт уусмалын масын агууламж, мкг/мл-ээр
$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр
$V_{\text{Ex}}$	хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл-ээр
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

#### A.4.5.4 Аргачлал С4-ийн диаграм



#### **А.4.6 Аргачлал С5: Амины сорбент болон графитжүүлсэн нүүрсэн сорбентын (PSA/GCB) холимогоор дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)-аар цэвэрлэх**

##### **А.4.6.1 Зарчим**

Энэхүү цэвэрлэх аргачлалыг E1 эсхүл E7 аргачлалуудаар гарган авсан хандыг цэвэрлэхэд, ялангуяа каротиноид эсхүл хлорофилийн агуулга өндөртэй сорьцын хандан дах саармаг болон шүлтлэг пестицидүүдийг тодорхойлоход ашиглана. Өөр өөр төрлийн дээжүүдийг цэвэрлэх аргачлалыг Хүснэгт 6-д үзүүлэв.

Аргачлал E1 эсхүл E7-оор гаргаж авсан түүхий хандыг анхдагч хоёрдогч амины сорбент (PSA) болон графитжуулсан нүүрсэн (GCB) сорбентийн холимог ашиглан дисперсийн хатуу фазын хандлалт (dSPE)-аар цэвэрлэнэ. Цэвэрлэсэн хандыг бэхжүүлж (S модуль) ашиглаж болно.

##### **А.4.6.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал E1 эсхүл E7-оор гарган авсан ацетонитрилийн фазаас 6 мл-ийг 150 мг PSA (A.1.15), 900 мг магнийн сульфат (A.1.14) болон а) 15 мг GCB (A.1.17) (аргачлал C5a) б) 45 мг GCB (A.1.17) (аргачлал C5b) агуулсан нэг удаагийн полипропилен тубэд (A.2.4) хийнэ. Түбийг таглаж, шаардлагатай бол холигч (A.2.5) ашиглан 30 секундын турш эрчимтэй сэгсэрч, >3000 эрг/мин-ын хурдтайгаар 5 минут центрифугдэнэ. Тунгалаг хандыг нэн даруй ялгаж, шаардлагатай бол аргачлал S-ийн дагуу хүчиллэгжүүл.

Хандын 1 мл-т 150 мг магнийн сульфат, 25 мг PSA, дээжээс хамааран а) 2.5 мг GCB эсхүл б) 7.5 мг GCB шаардлагатай.

**САНАМЖ** Цуврал багц сорьцыг хандлахаас өмнө центрифугийн түбийг дисперсийн хатуу фазын хандлагч сорбентоор цэнэглэсэн байх нь хэрэгтэй.

Хэрэв илрүүлэх багажны мэдрэх чадвар хангалттай гэж үзвэл түүхий хандын ( $V_1$ ) матрицын нөлөөллийг багасгахын тулд тодорхой эзэлхүүнтэй тохирох уусгагчаар ( $V_2$ ) шингэрүүлж шинжилгээнд шаардлагатай нийт эзэлхүүнийг

гарган ( $V_1 + V_2$ ) авна. Хэрэв хандыг бэхжүүлэх бол шингэрүүлсэн хандыг нэн даруй аргачлал S1-ийн дагуу бэхжүүлнэ.

#### А.4.6.3 Тооцоолол

Эцсийн хандан дах  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  массын агууламж нь сорьцын хандалсан эзэлхүүн болон хандлагдсан үлдэгдлийн хэмжээний харьцааг илэрхийлнэ. Ихэвчлэн  $\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$  нь г/мл-ээр илэрхийлэгдэх ба томъёогоор (A.29) тооцоолно:

$$\rho_{\text{sample}}^{\text{final extract}} (\text{г} / \text{мл}) = \rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.29})$$

эндээс

$\rho_{\text{sample}}^{\text{raw extract}}$	түүхий хандын массын агууламж, г/мл-ээр;
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

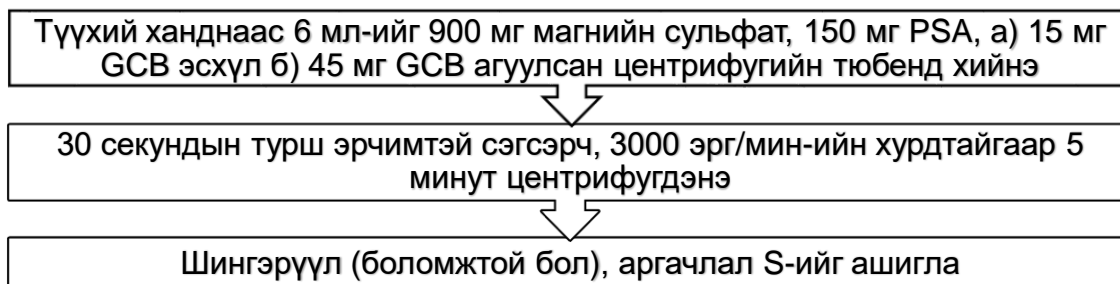
Эцсийн хандан дахь  $\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}}$  дотоод стандартын (ISTD) масс агууламжийг дараах томъёогоор (A.30) тооцоолно:

$$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{final extract}} (\text{мкг} / \text{мл}) = \frac{\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}} + V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}}{V_{\text{Ex}}} \times \frac{V_1}{(V_1 + V_2)} \quad (\text{A.30})$$

эндээс

$\rho_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	нэмсэн дотоод стандарт уусмалын масын агууламж, мкг/мл-ээр
$V_{\text{ISTD}}^{\text{add}}$	сорьцонд нэмсэн дотоод стандартын эзлэхүүн, мл-ээр
$V_{\text{Ex}}$	хандлалтын дараах органик фазын эзэлхүүн (ихэвчлэн 10 мл), мл-ээр
$V_1$	түүхий ханднаас таслан авч шинжлэх хэсэг, мл-ээр
$V_2$	тохирох уусгагчаас нэмсэн эзлэхүүн, мл-ээр

#### А.4.6.4 Аргачлал С5-ын диаграм



## **A.5 Хандыг бэхжүүлэх (S) аргачлалын тайлбар**

### **A.5.1 Аргачлал S0: Хандыг бэхжүүлэхгүй**

#### **A.5.1.1 Зарчим**

Хүчилд тэсвэргүй пестицидүүдийг (флазасульфурон, мезосульфурон, трибенурон, трифлюосульфурон г.м) тодорхойлох бол C0-C5-аар гаргаж авсан хандад уг аргачлалыг хэрэглэнэ.

Аргачлал C0-C5-аар гарган авсан хандыг илрүүлэх шат (аргачлал D) руу ямар нэгэн боловсруулалтгүйгээр шилжүүлнэ.

#### **A.5.1.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал C0-C5-аар гарган авсан хандыг илрүүлэх шат (аргачлал D) руу ямар нэгэн боловсруулалтгүйгээр шилжүүлнэ. Хандыг автомат сорьц авагчийн шинжилгээний виалд (A.2.11) хийж, хийн болон шингэний хроматографийн (аргачлал D) шинжилгээнд хэрэглэнэ. Шаардлагатай бол үлдэгдэл хандыг хөргөгчинд хадгална.

#### **A.5.1.3 Аргачлал S0-ийн диаграмм**

Хандыг автомат сорьц авагчийн шинжилгээний виалд хийж, хий болон шингэний хроматографийн (аргачлал D) шинжилгээнд ашиглана

### **A.5.2 Аргачлал S1: Хандыг шоргоолжны хүчлээр бэхжүүлэх**

#### **A.5.2.1 Зарчим**

Хүчилд тэсвэртэй пестицидүүдийг тодорхойлох бол C0-C5-аар гаргаж авсан хандад уг аргачлалыг хэрэглэнэ.

Аргачлал C0-C5-аар гарган авсан ханданд ацетонитрилд уусгасан шоргоолжны хүчлийн 5%-ийн уусмалаас 10 мкл-ийг 1 мл тутамд байхаар нэмсний дараа илрүүлэх шат (аргачлал D) руу шилжүүлнэ.

#### **A.5.2.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал C0-C5-аар гарган авсан ханднаас 5 мл-ийг эргэдэг тагтай шилэн саванд (A.2.12) юүлж хийхдээ сорбентийн жижиг хэсгүүд орохоос зайлсхийх ба ацетонитрилд уусгасан шоргоолжны хүчлийн 5%-ийн уусмал (A.1.18)-аас 50 мкл-ийг нэмж сул хүчиллэгжүүлж сэгсэрнэ. Уусмалын рН-ийг тохируулсан хандыг автомат сорьц авагчийн шинжилгээний шилэн саванд (A.2.11) хийж,

хийн болон шингэний хроматографийн (аргачлал D) шинжилгээнд ашиглана. Шаардлагатай бол үлдэгдэл хандыг хөргөгчинд хадгална.

Хандын 1 мл-т 10 мкл шоргоолжны хүчлийн уусмал (А.1.18) шаардлагатай.

Эцсийн ханд дах дээжийн массын агууламжийн хувьд хандын бэхжүүлэлтээс үүдсэн шингэрүүлэлтийн нөлөөг харгалзан авч үзэхгүй.

### **А.5.2.3 Аргачлал S1-ийн диаграмм**



## **А.6 Илрүүлэх аргачлалын (D) тайлбар**

### **А.6.1 Аргачлал D1: Тандем масс спектрометр бүхий шингэний хроматографиар тодорхойлох (LC-MS/MS)**

#### **А.6.1.1 Зарчим**

Тандем масс спектрометрийн детектор бүхий шингэний хроматографи нь E1-ээс E9 хүртэлх аргачлалаар хандлагдсан атмосферийн даралтад ионждог (APCI) бүх нэгдлүүдэд тохиромжтой. Цэвэрлэгээний аргачлал C1-C5-ын аль нэгийг ашиглах болох хэдий ч тандем масс спектрометрийн детекторын сонгомол чанар өндөр учир бүх тохиолдолд ашиглах шаардлагагүй.

#### **А.6.1.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0 эсхүл S1-ээр боловсруулж гарган авсан уусмалыг цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) эсхүл атмосферийн даралтат химийн ионжуулагч (APCI) бүхий тандем-масс спектрометртэй шингэний хроматографийн төхөөрөмж рүү оруулна.

#### **А.6.1.3 Багаж төхөөрөмж**

Хэмжилтийг өөр өөр багаж, багажийн параметр үзүүлэлт болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно. Энэхүү бүлэгт зарим багажны параметр үзүүлэлт болон багануудын нэрсийг үзүүлэв. Дараах ШХ-МС/МС-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

#### **А.6.1.4 Тохиромжтой нөхцөлийн жишээ**

##### **А.6.1.4.1 ӨГШХ (HPLC)-ийн төхөөрөмж 1**

Ихэнх шингэний хроматографиар илрүүлэх тохиромжтой нэгдлүүдэд:

Тарилтын горим	Хөдөлгөөнт фаз А1-ээс 5 мкл-ийг татна Сорьцоос 1 мкл-ийг татна, Зүүг ацетонитрилээр угаана Хөдөлгөөнт фаз А1-ээс 2 мкл-ийг татна Сорьцоос 1 мкл-ийг татна Зүүг ацетонитрилээр угаана Хөдөлгөөнт фаз А1-ээс 2 мкл-ийг татна Сорьцоос 1 мкл-ийг татна Зүүг ацетонитрилээр угаана Хөдөлгөөнт фаз А1-ээс 2 мкл-ийг татна Сорьцоос 1 мкл-ийг татна Зүүг ацетонитрилээр угаана Хөдөлгөөнт фаз А1-ээс 5 мкл-ийг татна
Багана	Phenomenex Aqua 5 μ C18 125Å, 50 мм x 2 мм
Хөдөлгөөнт фаз А1	5 ммоль/л аммонийн формат агуулсан 2+8 (V/V) харьцаатай метанол/ионгүйжүүлсэн усны холимог
Хөдөлгөөнт фаз В1	5 ммоль/л аммонийн формат агуулсан 9+1 (V/V) харьцаатай метанол/ионгүйжүүлсэн усны холимог
Баганы температур	20°C

#### Хүснэгт А.2 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А1 %	Хөдөлгөөнт фаз В1 %
0	200	100	0
11	200	0	100
23	200	0	100
25	200	100	0
33	200	100	0

#### А.6.1.4.2 ӨГШХ (HPLC)-ийн төхөөрөмж 2

Ихэнх шингэний хроматографиар илрүүлэх тохиромжтой нэгдлүүдэд:

Багана	Waters Acquity UPLC BEH C18, 50 мм x 2,1 мм, ширхэглэлийн хэмжээ 1,7 мкм
Хөдөлгөөнт фаз А1	5 ммоль/л аммонийн формат агуулсан 2+8 (V/V) харьцаатай метанол/ионгүйжүүлсэн усны холимог
Хөдөлгөөнт фаз В1	5 ммоль/л аммонийн формат агуулсан 9+1 (V/V) харьцаатай метанол/ионгүйжүүлсэн усны холимог

Баганы температур	тасалгааны температур
Тарих хэмжээ	3 мкл

#### Хүснэгт А.3 — Урсгалын хурд болон хөөгч уусмалын градиент

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А1 %	Хөдөлгөөнт фаз В1 %
0	400	100	0
6,1	400	0	100
12,7	400	0	100
13,8	400	100	0
18,2	400	100	0

#### А.6.1.4.3 ӨГШХ (HPLC) систем 3

Хүчиллэг нэгдлүүдэд:

Багана	Zorbax XDB C18, 150 мм x 2,1 мм, ширхэглэлийн хэмжээ 3,5 мкм
Хөдөлгөөнт фаз А2	Усанд уусгасан цууны хүчлийн уусмал: 1000 мл усанд 0,1 мл мөсөн цууны хүчил нэмнэ.
Хөдөлгөөнт фаз В2	Ацетонитрил дэх цууны хүчлийн уусмал: 1000 мл ацетонитрилд 0,1 мл мөсөн цууны хүчил нэмнэ.
Баганы температур	40°C
Тарих хэмжээ	5 мкл

#### Хүснэгт А.4 — Урсгалын хурд болон хөөгч уусмалын градиент

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А2 %	Хөдөлгөөнт фаз В2 %
0	300	80	20
20	300	0	100
22	300	0	100
22,1	300	80	20
30	300	80	20

#### А.6.1.4.4 МС/МС-ийн төхөөрөмж 1

МС/МС багаж	AB Sciex QTRAP 5500
Ионжуулагч	Турбо цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Turbo Ion spray (ESI)

### Хүснэгт А.5 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд

Халхлах хий (curtain gas)	Азот, 40 пси	Хий 2-ын температур	400°C
Мөргөлдүүлэх хий (collision gas)	Азот, 2 нэгж	Нягтаршил МС1/МС2	0,7 амн (amu) (FWHM <sub>a</sub> )
Ионжуулах хүчдэл (ion spray voltage)	5500 В	Саатах буюу буудах хугацаа (Dwell time)	≥ 3 мс (MRM-ийн мэдрэх чадвараас хамаарна)
Хий 1	Азот, 40 пси/psi		
Хий 2	Азот, 40 пси/psi		
a FWHM = бүрэн өргөн нь хагас дээд тал нь байна			

#### А.6.1.4.5 МС/МС-ийн төхөөрөмж 2

МС/МС багаж	Agilent 6460A
Ионжуулагч	Эрчилсэн урсгалтай цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Jet Stream Source (ESI)

### Хүснэгт А.6 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд

Хатаах хийн урсгал (Drying gas flow)	6 л/мин	Хучих хийн температур (sheath gas voltage)	400°C
Хатаах хийн температур (Drying gas temperature)	325°C	Тоосруулах хошууны хүчдэл (nozzle voltage)	off
Мананжуулах хийн даралт (nebuliser voltage)	35 пси/psi	Нягтаршил МС1/ МС2	Нэгжээр (unit)
Капиллярын хүчдэл (capillary voltage)	4000 В	Саатах буюу буудах хугацаа (Dwell time)	≥ 3 мс (MRM-ийн мэдрэх чадвараас хамаарна)
Хучих хийн урсгал (sheath gas flow)	12 л/мин		

Эдгээр нөхцлийг Agilent шинжилгээний аргачлал 5990-4253EN-д дурдсан болно. (Хавсралт II ба III, <http://www.chem.agilent.com/Library/applications/5990-4253EN.pdf> -ийг үзнэ үү)

#### А.6.1.4.6 МС/МС-ийн төхөөрөмж 3

МС/МС багаж	Waters Xevo TQS
-------------	-----------------

Ионжуулагч цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI)  
Electrospray (ESI)

**Хүснэгт А.7 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд**

Халхлах хий/ амсар (curtain gas/cone)	Азот, 150 л/цаг	Задлах температур	500°C - 600°C
Мөргөлдүүлэх хий (collision gas)	Аргон, 0,15 мл/мин	Нягтаршил МС1/МС2	са. 0,7 амн (amu)
Ионжуулах хүчдэл (ion spray voltage)	800 В	Саатах буюу буудах хугацаа (Dwell time)	≥ 3 мс (MRM-ийн мэдрэх чадвараас хамаарна)
Хий 1- мананжуулагч (nebuliser)	7 бар		
Хий 2 (disolvation)	800-1000 л/цаг		
<b>а FWHM = бүрэн өргөн нь хагас ээд тал нь байна</b>			

**А.6.1.5 Арга аргачлалын тайлбар**

ШХ-МС/МС хэмжилтийн тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийг CEN/TR 15641:2007 “ШХ-МС/МС-ээр пестицидийн үлдэгдлийг тодорхойлох – Масс спектрометрийн параметрийн эмхэтгэл” [2]-оос үзнэ үү. Гэсэн хэдий ч хэмжилтэд ашиглах багаж дээр нэгдлүүдийг тус тусад нь тааруулж тохируулснаар мэдрэх чадвар илүү сайжирдаг.

ШХ-МС/МС шинжилгээнд усны агуулга өндөртэй градиент горимын урсгалыг тэсвэрлэдэг ялангуяа урвуу фазын багана нь маш сайн зохицдог.

Градиент урсгал болон баганын зохистой хослолыг ашигласнаар туйлшрал өндөртэй нэгдлүүд агуулсан хандыг ус эсхүл хөдөлгөөнт фаз А-аар шингэрүүлэн хангалттай хроматографийн нягтаршилтай, зөв хэлбэртэй пикийг гарган авах боломжтой. Эдгээр тохиолдолд усны агуулгыг нэмэгдүүлснээр нь липофил шинж чанар өндөртэй нэгдлүүдийн тунадас үүсгэж шүүх явцад алдагдах магадлалтайг анхаарч үзэх хэрэгтэй. Иймд уусмалыг автоматаар шингэрүүлдэг тарилгын горимтой төхөөрөмжийг ашиглах нь зүйтэй (А.6.1.4.1-ийг үзнэ үү).

МС/МС детектор сонгомол чанар өндөр хэдий ч нэгдэл тус бүрийг баттай таньж тодорхойлохын тулд дор хаяж хоёр массын шилжилтээр нь судлаж мөрдөхийг зөвлөж байна. Нэгэн зэрэг бүртгэх массын шилжилтийн тоог сонгохдоо нэг пикийн хэмжилтийн цэгийн тоо дор хаяж 10 байхаар тооцон авч үзнэ.

Тиймээс аналитын хүлээгдэж буй баригдах хугацааны багахан цонхонд аналитын ердийн массын шилжилтийг хэмжихийн тулд автомат алгоритмыг ("төлөвлөгөөт MRM" эсхүл "идэвхжүүлсэн MRM" г.м.) ашиглаж болно.

Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5].

## **А.6.2 Аргачлал D2: Массын нарийвчлалтай спектрометрийн детектор бүхий шингэний хроматографиар тодорхойлох (LC-accurate mass)**

### **А.6.2.1 Зарчим**

Массын нарийвчлалтай спектрометрийн детектор бүхий шингэний хроматографи нь E1-ээс E9 хүртэлх аргачлалаар хандлагдсан атмосферийн даралтад ионждог (APCI) бүх нэгдлүүдэд тохиромжтой. Цэвэрлэгээний аргачлал C1-C5-ын аль нэгийг ашиглах болох хэдий ч массын нарийвчлалтай спектрометрийн детекторын сонгомол чанар өндөр учир бүх тохиолдолд ашиглах шаардлагагүй.

### **А.6.2.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0 эсхүл S1-ээр боловсруулж гарган авсан уусмалыг цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) эсхүл атмосферийн даралтат химийн ионжуулагч (APCI) бүхий ч массын нарийвчлалтай спектрометрийн детектор бүхий шингэний хроматографийн төхөөрөмж рүү оруулна.

### **А.6.2.3 Багаж**

Хэмжилтийг өөр өөр багаж, багажийн параметр үзүүлэлт болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно. Энэхүү бүлэгт зарим багажны параметр үзүүлэлт болон багануудын нэрсийг үзүүлэв. Дараах массын нарийвчлалтай спектрометрийн детектор бүхий ШХ-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

### **А.6.2.4 Тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийн жишээ**

#### **А.6.2.4.1 ШХ-ийн төхөөрөмж 1**

Ихэнх шингэний хроматографиар илрүүлэх тохиромжтой нэгдлүүдэд:

ХӨГШХ UHPLC	Agilent 1290 Infinity
Тарих хэмжээ	3 мкл
Багана	Agilent Zorbax Eclipse Plus Rapid Resolution HD, 1,8 мкм, 100 мм x 2,1 мм
Хөдөлгөөнт фаз A3	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0,1%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан ус
Хөдөлгөөнт фаз B3	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0.1%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан метанол
Баганы температур	30°C

**Хүснэгт А.8 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент**

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А3 %	Хөдөлгөөнт фаз В3 %
0	300	80	20
2	300	80	20
15	300	0	100
17	300	0	100
17,1	300	80	20
19	300	80	20

**А.6.2.4.2 ШХ-ийн төхөөрөмж 2**

Ихэнх шингэний хроматографиар илрүүлэх тохиромжтой нэгдлүүдэд:

ӨГШХ-ийн шахуурга	DIONEX Ultimate 3000 RS
Автомат дээж авагч	DIONEX Ultimate 3000 RS
Тарих хэмжээ	10 мкл
Багана	THERMO SCIENTIFIC Acclaim RSLC 120 C18, 2,2 мкм – 120 Å – 100 мм x 2,1 мм
Хамгаалалтын багана	WATERS Vanguard Acquity UPLC BEH C18 1,7 мкм – 2,1 x 5 мм
Хөдөлгөөнт фаз А4	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0,01%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан метанол/ус 1+9 (V/V)
Хөдөлгөөнт фаз В4	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0.01%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан метанол
Баганы температур	30°C

**Хүснэгт А.9 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент**

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А4 %	Хөдөлгөөнт фаз В4 %
0	200	99	1
0,1	200	99	1
1	200	99	1
3	200	61	39
14	400	0,1	99,9

16	480	0,1	99,9
16,1	480	99	1
19	480	99	1
19,1	200	99	1
20	200	99	1

#### А.6.2.4.3 ШХ-ийн төхөөрөмж 3

ӨГШХ-ийн шахуурга	Dionex Ultimate 3000 binary pump HPG-3400RS
Автомат дээж авагч	Dionex Ultimate 3000 RS - WPS 3000
Багана	Thermo Scientific Accucore aQ C18, 100 мм х 2,1 мм, ширхэглэлийн хэмжээ 2,6 мкм
Хөдөлгөөнт фаз А3	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0,1%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан ус
Хөдөлгөөнт фаз В3	5 ммоль/л аммонийн формат болон 0.1%-ийн шоргоолжны хүчил агуулсан метанол
Баганы температур	40°C

#### Хүснэгт А.10 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А3 %	Хөдөлгөөнт фаз В3 %
0	400	80	20
1,0	400	80	20
10,5	400	2	98
14,5	400	2	98
15,0	400	80	20
19,0	400	80	20

#### А.6.2.4.4 ШХ-ийн төхөөрөмж 4

ӨГШХ	Agilent 1290 Infinity
Тарих хэмжээ	5 мкл
Багана	Dionex Acclaim RSLC 120 C18 (2,2 μm; 120 Å; 2,1 мм х 100 мм)
Хөдөлгөөнт фаз А5	5 ммоль/л аммонийн гидроксид болон 0,1% шоргоолжны хүчил агуулсан ус

Хөдөлгөөнт фаз В5	0,1%-ийн шоргоолжны хүчилтэй ацетонитрил
Баганы температур	30°C

**Хүснэгт А.11 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент**

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А4 %	Хөдөлгөөнт фаз В4 %
0	0,2	90	10
1	0,2	90	10
3	0,2	60	40
14	0,4	10	90
16	0,4	10	90
16,1	0,2	90	10
20	0,2	90	10

**А.6.2.4.5 ШХ-ийн төхөөрөмж 5**

ӨГШХ-ийн шахуурга	ACQUITY UPLC I-Class BSM
Автомат дээж авагч	ACQUITY I-Class FTN
Тарих хэмжээ	5 мкл
Багана	Waters Acquity UPLC BEH C18, 100 мм х 2,1 мм, ширхэглэлийн хэмжээ 1,7 мкм
Хөдөлгөөнт фаз А6	10 ммоль/л аммонийн ацетат агуулсан ус
Хөдөлгөөнт фаз В6	10 ммоль/л аммонийн ацетат агуулсан метанол
Баганы температур	45°C

**Хүснэгт А.12 — Урсгалын хурд ба хөөгч уусмалын градиент**

Хугацаа мин	Урсгалын хурд мкл/мин	Хөдөлгөөнт фаз А6 %	Хөдөлгөөнт фаз В6 %
0	0,45	98	2
0,25	0,45	98	2
12,25	0,45	1	99
13,00	0,45	1	99

13,01	0,45	98	2
17,00	0,45	98	2

#### А.6.2.4.6 Массын нарийвчлалтай детектор 1

Массын нарийвчлалтай төхөөрөмж	AB Sciex TripleTOF 5600+
Ионжуулагч	Хосолсон цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Duospray Ion spray (ESI)

#### Хүснэгт А.13 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд

Ионжуулах хий 1	Азот, 30 л/мин
Ионжуулах хий 2	Азот, 30 л/мин
Халхлах хий (curtain gas)	20
Ионжуулах хүчдэл (ion spray voltage)	5500 В
Температур	400 °C

#### А.6.2.4.7 Массын нарийвчлалтай детектор 2

Массын нарийвчлалтай төхөөрөмж	BRUKER IMPACT II
Ионжуулагч	Турбо цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Turbo Ion spray (ESI)

#### Хүснэгт А.14 — Ионжуулагч

Төгсгөлийн хавтангийн офсет: End plate offset	500
Капиллярийн хүчдэл: Capillary voltage	2500 В
Мананжуулагч: Nebulizer	31 пси
Хатаах хий: Dry gas	8 л/мин
Хатаах хийн температур: Dry temp	200°C

#### A.6.2.4.8 Массын нарийвчлалтай детектор 3

Массын нарийвчлалтай төхөөрөмж	Thermo Scientific Q-Exactive
Ионжуулагч	Халаасан цахилгаан гүйдлээр эерэг цэнэгээр ионжуулан тоосруулагч (HESI II) Heated Electrospray Ionization Source (HESI II) positive ionization

#### Хүснэгт А.15— Ионжуулагчийн үзүүлэлт

Хучих хийн урсгалын хурд (Sheath gas flow rate)	45 л/мин, азот	Капиллярын хүчдэл (capillary temperature)	250 °C
Туслах хийн урсгалын хурд (Aux gas flow rate)	4 л/мин, азот	S-линз РД (RF) түвшин	50
Цэвэрлэгч хийн урсгалын хурд (Sweep gas flow rate)	2 л/мин, азот	Туслах хий халаагчийн температур (Aux gas heater temperature)	230 °C
Тоосруулагчийн хүчдэл (Spray voltage)	3,80 (кВ)		

#### A.6.2.4.9 Массын нарийвчлалтай детектор 4

Массын нарийвчлалтай төхөөрөмж	6550 iFunnel QTOF LC/MS, Agilent Technologies
Ионжуулагч	Agilent-ийн эрчилсэн урсгалтай цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Agilent jet stream (ESI)

#### Хүснэгт А.16 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд

Хатаах хийн урсгал (Dry gas flow)	13 л/мин, азот	Хучих хийн температур (Sheath gas temperature)	400 °C
Хучих хийн урсгал (Sheath gas flow)	12 л/мин, азот	Мөргөлдүүлэх хий (collision gas)	2 нэгж, азот
Ионжуулан тоосруулагчийн хүчдэл (Ion Spray voltage)	4000 В		

#### A.6.2.4.10 Массын нарийвчлалтай детектор 5

Массын нарийвчлалтай төхөөрөмж	Xevo G2-S QToF (YDA 172)
Ионжуулагч	Z тэхнлэгийн дагуу цахилгаан гүйдлээр тоосруулагч (ESI) Z-spray (ESI)

#### Хүснэгт А.17 — Ионжуулах үүсвэр ба ерөнхий үзүүлэлтүүд

G2-S QToF		
Горим:	ESI (+)	ESI (-)
Анализаторын горим:	Мэдрэмтгий байдал	Мэдрэмтгий байдал
Капилляр: (Capillary)	1,0 кВ	1,5 кВ
Ионжуулах температур: (Source temp)	120°C	120 °C
Хошуувчийн хий (Азот): (Cone gas)	50 л/ц	10 л/ц
Дээжний хошуувч: (Sample cone)	40 В	40 В
Задлах температур: (Disolv temp)	550 °C	350 °C
Задлах хий: (Disolv gas)	1000 л/ц	900 л/ц

#### A.6.2.5 Арга аргачлалын тайлбар

Шингэний хроматогафийн нарийвчлалсан массын шинжилгээнд шинжилгээнд усны агуулга өндөртэй градиент горимын урсгалыг тэсвэрлэдэг ялангуяа урвуу фазын багана нь маш сайн зохицдог.

Градиент урсгал болон баганын зохистой хослолыг ашигласнаар туйлшрал өндөртэй нэгдлүүд агуулсан хандыг ус эсхүл хөдөлгөөнт фаз А-аар шингэрүүлэн хангалттай хроматогафийн нягтаршилтай, зөв хэлбэртэй пикийг гарган авах боломжтой. Эдгээр тохиолдолд усны агуулгыг нэмэгдүүлснээр нь липофил шинж чанар өндөртэй нэгдлүүдийн тунадас үүсгэж шүүх явцад алдагдах магадлалтайг анхаарч үзэх хэрэгтэй. Иймд уусмалыг автоматаар шингэрүүлдэг тарилгын горимтой төхөөрөмжийг ашиглах нь зүйтэй.

Бүрэн хайлтын МС болон МС/МС горим дээр нэгэн зэрэг ажиллаж болно. Илрүүлэх болон таньж тодорхойлохын тулд хоёр эсхүл түүнээс дээш ион

шаардлагатай ба массын нарийвчлал 5 ppm-ээс илүү байх шаардлагатай. Хэрэв фрагмент ионыг MS/MS горимоор гарган авсан бол зөвшөөрөгдөх массын нарийвчлал < 10 ppm байна. Тоон шинжилгээнд илүү өргөн масс хайлтын мужийг ашиглаж болно.

Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5].

### **А.6.3 Аргачлал D2: Тандем масс спекрометр бүхий хийн хроматографиар шинжлэх (GC-MS/MS)**

#### **А.6.3.1 Зарчим**

Тандем-масс спектрометрийн детектор бүхий хийн хроматографи нь E1-ээс E7 хүртэлх аргачлалаар хандлагдсан ууршихдаа задардаггүй дэгдэмхий нэгдлүүдэд тохиромжтой. Цэвэрлэгээний аргачлал C1-C5-ын аль нэгийг ашиглах болох хэдий ч тандем-масс спектрометрийн детекторын сонгомол чанар өндөр учир бүх тохиолдолд ашиглах шаардлагагүй.

#### **А.6.3.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0 эсхүл S1-ээр боловсруулж гарган авсан уусмалыг электроноор бөмбөгдөгч ионжуулагчтай тандем-масс спектрометрийн детектортой холбогдсон хийн хроматографийн төхөөрөмж рүү оруулна. Хэмжилтийг өөр өөр ХХ-МС/МС-ийн багаж, багажийн параметр үзүүлэлт болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно

#### **А.6.3.3 Багаж**

Дараах ХХ-МС/МС-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

#### **А.6.3.4 Тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийн жишээ**

##### **А.6.3.4.1 Төхөөрөмж 1**

Төхөөрөмж	Thermo Fischer Scientific; TSQ Quantum XLS, Trace GC Ultra with PTV
Зөөгч хий	Гели, 1,0 мл/минут тогтмол урсгалтай
Инжектор	2 мм-ийн дотоод диаметртэй Siltek урсгал хугалагч доторлогоотой лайнер бүхий програмчлагдсан температурын ууршуулагч (PTV).
Тарих техник	Сплитлес буюу хуваахгүйгээр, PTV программтай
Тарилт	1 мкл, эцсийн хандыг ацетон/гексан (1/1, v/v) руу уусгаж шилжүүлсэн (В.10-ыг үз)
Инжектор температур	70°C-т 0,02 мин изотерм барьж, 280°C хүртэл 720°C/мин-аар өсгөж, 280°C-т 1,2 минут изотерм

	барьж; 320°C хүртэл 840°C/минутын хурдтайгаар өсгөж 6 мин изотерм барина.
Инжекторийн цэвэрлэгээ	0-1,3 мин хүртэл цэвэрлэгээгүй, 1,3 минутаас 6,0 мин хүртэл 80 мл/мин (цэвэрлэх урсгал), 6,0 минутаас хойш сплит горимоор 50 мл/мин урсгалын хурдтайгаар цэвэрлэнэ
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 20 м урттай, дотоод диаметр нь 0,18 мм, хальсны зузаан 0,18 мкм (жишээ нь Restek Rxi-5Sil MS)
Баганы температур	80°C-т 1,5 минут изотерм, 210°C хүртэл 30°C/мин, дараа нь 320°C хүртэл 20°C/мин-аар тус тус өсгөж, 320°C-т 2 минут изотерм барина.
Дамжуулагч буюу трансферлайны температур	280°C
Уусгагчийг түдгэлзүүлэх хугацаа	3,5 мин
Ионжуулалт	Электрон бөмбөгдөлт, 70 эВ, 25 мкА
Ионжуулагчийн температур	250°C
МС1/МС2 нягтаршил	0,7 амн/аму (FWHM = Бүтэн өргөн хагас дээд тал нь)
Мөргөлдүүлэх хий	Аргон, 1,0 × 10 <sup>-3</sup> Торр

Эдгээр нөхцлийг Термо шинжилгээний аргачлал 52027-д дурдсан болно. (<http://www.thermofisher.com.au/Uploads/file/Scientific/Applications/Scientific-Instruments-Automation/Fast-GC-MSMS-Pesticide-Analysis-AN52072.pdf> -ыг үзнэ үү)

#### **А.6.3.4.2 Төхөөрөмж 2**

Төхөөрөмж	Agilent GC 6890N, Kodiak 800 MS/MS
Зөөгч хий	Гели, 21 пси (144.8 кПа), тогтмол даралт
Инжектор	Програмчлагдсан температурын ууршуулагч (РТV).
Тарих техник	РТV программ нь уусгагчийг түдгэлзүүлэх горимтой
Тарилт	3 мкл

Инжектор температур	40°C-т 0,8 мин изотерм барьж, 300°C хүртэл 720°C/мин-аар өсгөж 5 мин изотерм барина.
Инжекторийн цэвэрлэгээ	0-0,5 мин хүртэл 10 мл/мин (хавхлагийн урсгалыг нээж үлээлгэнэ/vent flow), 0,5-2,5 мин хүртэл цэвэрлэгээгүй горимд шилжүүлж, 2,5 минутаас хойш 50 мл/мин урсгалын хурдтайгаар цэвэрлэнэ
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,25 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь J&W HP5 MS)
Баганы температур	70°C-т 2 минут изотерм, 150°C хүртэл 25°C/мин, 180°C хүртэл 3°C/мин, дараа нь 280°C хүртэл 20°C/мин-аар тус тус өсгөж, 280°C-т 10 минут изотерм барина.
Дамжуулагч буюу трансферлайны температур	250°C
Уусгагчийг түдгэлзүүлэх буюу шинжилгээг эхлүүлэх хугацаа	6,5 мин
Ионжуулалт	Электрон бөмбөгдөлт, 70 эВ
Ионжуулагчийн температур	200°C
МС1/МС2 нягтаршил	0,7 амн/amu (FWHM = Бүтэн өргөн хагас дээд тал нь)
Мөргөлдүүлэх хий	Аргон, $1,0 \times 10^{-3}$ Торр

#### А.6.3.4.3 Төхөөрөмж 3

Төхөөрөмж	Agilent GC 6890N, Triplequad 7000
Зөөгч хий	Гели
Зөөгч хийн тохируулга	Хлорпирифос-метилийн баригдах хугацааг 16.5 минутад цойжлоно
Буцах урсгалын үед зөөгч хийн даралт	41,87 минутын дараа: оролтын даралт 1пси, буцаж угаах сувгийн даралт 30 пси
Инжектор	Програмчлагдсан температурын ууршуулагч (РТV).
Тарих техник	Сплитлэс буюу хуваах горимоор
Тарилт	2 мкл

Инжектор температур	80°C-т 0,01 мин изотерм барьж, 300°C хүртэл 500°C/мин-аар өсгөж 2 мин изотерм барина.
Инжекторийн цэвэрлэгээ	0-0,75 мин хүртэл мин 3 мл/мин урсгалтайгаар септумыг цэвэрлэж, 0,75-2,0 мин хүртэл цэвэрлэх урсгалыг 30 мл/мин хурдтайгаар гаргалгааны сувагт шилжүүлж, 2,0 минутаас хойш хийн хэмнэлтийн урсгалыг 20 мл/мин дээр тохируулна
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,25 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь DB5 MS)
Баганы температур	70°C-т 2 минут изотерм, 150°C хүртэл 25°C/мин, 180°C хүртэл 3°C/мин, дараа нь 280°C хүртэл 20°C/мин-аар тус тус өсгөж, 280°C-т 10 минут изотерм барих ба нэмэлт шинжилгээ(post run) буюу буцаж угаах горимийг 280°C-т 3 минут явуулна.
Дамжуулагч буюу трансферлайны температур	280°C
Уусгагчийг түдгэлзүүлэх буюу шинжилгээг эхлүүлэх хугацаа	6375 мин
Ионжуулалт	Электрон бөмбөгдөлт, 70 эВ
Ионжуулагчийн температур	300°C
МС1/МС2 нягтаршил	1,2 амн/amu (FWHM = Бүтэн өргөн хагас дээд тал нь)
Хатаах(quenching) хий	Гели, 2,25 мл/мин
Мөргөлдүүлэх хий	Гели, 1,5 мл/мин
Пикийн өргөний хугацааны шүүлтүүр	0,7 сек

#### **А.6.3.5 Арга аргачлалын тайлбар**

ХХ-МС/МС хэмжилтийн шинжилгээний тохиромжтой нөхцөлийг CEN/TR 16699 “Хүнсний бүтээгдэхүүн – Пестицидийн үлдэгдлийг ХХ-МС/МС – Тандем масс спектрометрийн параметрээр тодорхойлох” [3]-аас үзнэ үү. Гэсэн хэдий ч хэмжилтэд ашиглах багаж дээр нэгдлүүдийг тус тусад нь тааруулж тохируулснаар мэдрэх чадвар илүү сайжирдаг.

XX-МС/МС шинжилгээнд жишээлбэл 100% метилсилоксан эсхүл 5% фенил-ба 95% метилсилоксан г.м.туйлт бус баганууд нь илүү тохиромжтой.

Инжектор болон капиллярын баганын холболтын эхэн хэсэгт зарим нэгдлүүдийн хэсэгчилсэн задрал явагдсаны улмаас баригдах хугацааны шилжилт өөрчлөлт бий болдог. Үүнээс зайлсхийхийн тулд Д-сорбитол (99.5%), глюконы-дельта-лактон, аньсны хүчил (Shikimi acid), 3-этокси-1,2-пропандиол агуулсан холимогоор (AP-холимог) нэгдлүүдийг хамгаалах бодис хийх нь тохиромжтой. Энэхүү холимогийг бэлтгэхийн тулд 10 мл хэмжээст колбонд 3-этокси-1,2-пропандиолоос 2 гр-ыг хийж, дараа нь 5%-ийн глюконо-дельта-лактоны уусмалаас 2 мл, 5%-ийн Д-сорбитолын уусмалаас 1 мл болон 5%-ийн аньсны хүчлийн уусмалаас 1 мл-ийг тус тус нэмнэ. Уусгагч нь үргэлж 60/40 хувийн эзэлхүүний харьцаатай ацетонитрил/ус байна. Хэмжээний колбоны хэмжээс хүртэл ацетонитрил/усаар (60/40 v/v) дүүргэнэ. Эцсийн хандын 1 мл дээр 30 мкл хамгаалах бодисын хольцоос нэмнэ.

Баганыг буцаан угааж болно. Буцаж угаах урсгалын үед сүүлийн шинжилгээний үлдэгдэл нэгдлүүдийг баганы урсгалынх нь урвуу хөөн зайлуулах ба ингэснээр баганад үлдсэн дэгдэмхий шинж багатай матрицуудыг баганы төгсгөлөөс хөөж гаргалгааны сувгаар шахан зайлуулна. Үр дүнд нь баригдах хугацааны шилжилт болон бохирдуулагч ионы эх үүсвэрийг багасгах боломжтой.

МС/МС детектор сонгомол чанар өндөр хэдий ч нэгдэл тус бүрийг баттай таньж тодорхойлохын тулд дор хаяж хоёр массын шилжилтээр нь судлаж мөрдөхийг зөвлөж байна. Нэгэн зэрэг бүртгэх массын шилжилтийн тоог сонгохдоо нэг пикийн хэмжилтийн цэгийн тоо дор хаяж 10 байхаар тооцон авч үзнэ.

Тиймээс аналитын хүлээгдэж буй баригдах хугацааны багахан цонхонд аналитын ердийн массын шилжилтийг хэмжихийн тулд автомат алгоритмыг ("төлөвлөгөөт MRM" эсхүл "идэвхжүүлсэн MRM" г.м.) ашиглаж болно.

Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5].

#### **А.6.4 Аргачлал D4: Масс спектрометр детектортой хийн хроматографиар шинжлэх (GC-MS)**

##### **А.6.4.1 Зарчим**

Нэг квадруполь (SIM горимд илүү тохиромжтой) эсхүл ион баригч эсхүл нисэх хугацааны масс спектрометрийн детектортой хийн хроматографи нь Е1-ээс Е7 хүртэлх аргачлалаар хандлагдаж, С1-С5-ын аль нэгээр цэвэрлэгдэхдээ задардаггүй дэгдэмхий нэгдлүүдэд тохиромжтой. Цэвэрлэгээний аргачлал ашиглах болох хэдий ч тандем-масс спектрометрийн детекторын сонгомол чанар өндөр учир бүх тохиолдолд ашиглах шаардлагагүй. Цэвэрлэхгүйгээр XX-МС-ийн шинжилгээ хийх бол

хандыг их хэмжээгээр шингэлсэн тохиолдолд (аргачлал C0) зөвхөн боломжтой

#### **А.6.4.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0 эсхүл S1-ээр боловсруулж гарган авсан уусмалыг масс спектрометрийн детектортой хийн хроматографийн төхөөрөмж рүү оруулна. Хэмжилтийг өөр өөр ХХ-МС/МС-ийн багаж, багажийн параметр үзүүлэлт болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно

#### **А.6.4.3 Багаж**

Дараах ХХ-МС-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

#### **А.6.4.4 Тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийн жишээ**

##### **А.6.4.4.1 Төхөөрөмж 1**

Төхөөрөмж	Agilent GC 6890B GC/5973N MSD
Зөөгч хий	Гели, 2,0 мл/мин, тогтмол урсгал
Инжектор	Хүйтэн тарилгын систем KAS (CIS/PTV)
Тарих техник	Уусгагчийг баригчтай хүйтэн тарилга
Тарилт	3 мкл
Инжектор температур	50°C-т 0,8 минут изотерм барьж, 280°C хүртэл 720°C/мин-аар өсгөж, 280°C-т 5 минут изотерм барьж; 300°C хүртэл 720°C/минутын хурдтайгаар өсгөж 5 мин изотерм барина.
Инжекторийн цэвэрлэгээ	0-0,5 минут хүртэл 20 мл/мин (цэвэрлэх урсгал), 0,5-2,0 минут хүртэл цэвэрлэгээгүй, 2,0-6,0 минут хүртэл 47,4 мл/мин (цэвэрлэх урсгал), 6,0 минутаас хойш хий хэмнэлтийн горимд 20 мл/мин
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,25 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь DB5 MS)
Баганы температур	40°C-т 2 минут изотерм, 220°C хүртэл 30°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 260°C хүртэл 5°C/мин, 280°C хүртэл 20°C/мин-аар тус тус өсгөж, 280°C-т 15 минут изотерм барина.
Дамжуулагч буюу трансферлайны температур	280°C

Уусгагчийг түдгэлзүүлэх хугацаа	4 мин
Ионжуулалт	Электрон бөмбөгдөлт, 70 эВ
Ионжуулагчийн температур	230°C

#### **А.6.4.4.2 Төхөөрөмж 2**

Төхөөрөмж	Agilent GC 6890B GC/5973N MSD
Зөөгч хий	Гели, 1,0 мл/мин, тогмол урсгал
Инжектор	Идэвхгүйжүүлэн нэг конустай шулуун лайнер бүхий сплит/сплитлес буюу хуваагч/үл хуваагчтай инжектор
Тарих техник	Импульст сплитлес, 200 кПа, импульсийн хугацаа 1,0 мин
Тарилт	1 мкл
Инжектор температур	240°C
Инжекторийн цэвэрлэгээ	Тарилтын дараах 1,5 мин (цэвэрлэх хугацаа) эхлэн цэвэрлэх урсгалыг 50 мл/мин хурдтайгаар гаргалгааны суваг руу шилжүүлнэ.
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,25 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь HP5 MS)
Баганы температур	70°C-т 2 минут изотерм, 170°C хүртэл 25°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 210°C хүртэл 3°C/мин, 290°C хүртэл 30°C/мин-аар тус тус өсгөж, 290°C-т 9 минут изотерм барина.
Дамжуулагч буюу трансферлайны температур	280°C
Уусгагчийг түдгэлзүүлэх хугацаа	6 мин
Ионжуулалт	Электрон бөмбөгдөлт, 70 эВ
Ионжуулагчийн температур	230°C

#### **А.6.4.5 Арга аргачлалын тайлбар**

Пестицидүүдийн баригдах хугацаа болон тэдгээрийн фрагмент ионуудын талаар SEN/TR 16468 "Хүнсний шинжилгээ - Пестицидийн үлдэгдлийг ХХ-

МС-ээр тодорхойлох - Баригдах хугацаа ба масс спектрометрийн параметрууд" [4] -ийг үзнэ үү.

ХХ-МС шинжилгээнд жишээлбэл 100% метилсилоксан эсхүл 5% фенил- ба 95% метилсилоксан г.м.туйлт бус баганууд нь илүү тохиромжтой. Эерэг үе дүнг батлахын тулд жишээлбэл фенил-50%, метилсилоксан-50% эсхүл цианопропилфенил-14% болон метилсилоксан-86% зэрэг илүү туйлтай багануудыг ашиглаж болно.

Инжектор болон капиллярын баганын холболтын эхэн хэсэгт зарим нэгдлүүдийн хэсэгчилсэн задрал явагдсаны улмаас баригдах хугацааны шилжилт өөрчлөлт бий болдог. Үүнээс зайлсхийхийн тулд Д-сорбитол (99.5%), глюконы-дельта-лактон, аньсны хүчил (Shikimi acid), 3-этокси-1,2-пропандиол агуулсан холимогоор (AP-холимог) нэгдлүүдийг хамгаалах бодис хийх нь тохиромжтой. Энэхүү холимогийг бэлтгэхийн тулд 10 мл хэмжээст колбонд 3-этокси-1,2-пропандиолоос 2 гр-ыг хийж, дараа нь 5%-ийн глюконо-дельта-лактоны уусмалаас 2 мл, 5%-ийн Д-сорбитолын уусмалаас 1 мл болон 5%-ийн аньсны хүчлийн уусмалаас 1 мл-ийг тус тус нэмнэ. Уусгагч нь үргэлж 60/40 хувийн эзэлхүүний харьцаатай ацетонитрил/ус байна. Хэмжээний колбоны хэмжээс хүртэл ацетонитрил/усаар (60/40 v/v) дүүргэнэ. Эцсийн хандын 1 мл дээр 30 мкл хамгаалах бодисын хольцоос нэмнэ.

Баганыг буцаан угааж болно. Буцаж угаах урсгалын үед сүүлийн шинжилгээний үлдэгдэл нэгдлүүдийг баганы урсгалынх нь урвуу хөөн зайлуулах ба ингэснээр баганад үлдсэн дэгдэмхий шинж багатай матрицуудыг баганы төгсгөлөөс хөөж гаргалгааны сувгаар шахан зайлуулна. Үр дүнд нь баригдах хугацааны шилжилт болон бохирдуулагч ионы эх үүсвэрийг багасгах боломжтой.

МС/МС детектор сонгомол чанар өндөр хэдий ч нэгдэл тус бүрийг баттай таньж тодорхойлохын тулд дор хаяж хоёр массын шилжилтээр нь судлаж мөрдөхийг зөвлөж байна. Нэгэн зэрэг бүртгэх массын шилжилтийн тоог сонгохдоо нэг пикийн хэмжилтийн цэгийн тоо дор хаяж 10 байхаар тооцон авч үзнэ.

Нэг квадруполь масс спектрометр ашиглан нэгдлүүдийг таньж тодорхойлохын тулд сонгосон ионы хяналт (SIM) нь массын бүх мужийг хайхаас илүүтэй мэдрэг байдаг. СИХ(SIM) горимд шинжлэгдэхүүнийг баттай таньж тодорхойлохын тулд дор хаяж гурван онцлог шинжтэй массын ион шаардлагатай. Нэгэн зэрэг хянах ионы тоог сонгохдоо нэг пикийг хэмжих цэгийн тоог дор хаяж 10 байх ёстойг анхаарч үзэх хэрэгтэй.

Үр дүнг үнэлэхдээ нэгдлийн сонгосон ионуудын харьцаанаас гадна ханд болон стандарт уусмал дах онцлог шинжтэй пикийн хэлбэр/загвар болон баригдах хугацаа тохирсон эсэхийг авч үзэх шаардлагатай. Хэрэв сонгосон ион нь ханданд саад учруулж байгаа бол түүнийг үнэлгээнд тооцохгүй байж болно.

Хэрэв тоон үнэлгээнд нэг нэгдлийн пик нь хамт хандлагдсан матрицын нэгдлүүдийн пикээр саад болж байвал энэхүү нэгдэлийн стандарт уусмал бүхий үлдэгдэлийн матрицгүй ижил бүтээгдэхүүнтэй харьцуулан шинжилж тодорхойлж болно.

Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5].

#### **А.6.5 Аргачлал D5: Дөлөн фотометрийн детектор бүхий хийн хроматографиар шинжлэх (GC-FPD)**

##### **А.6.5.1 Зарчим**

Дөлөн фотометрийн детектор бүхий хийн хроматографи (ХХ-ДФД) нь E1-ээс E7 хүртэлх аргачлалаар хандлагдаж, C1-C5-ын аль нэгээр цэвэрлэгдэхдээ задардаггүй дэгдэмхий шинж чанартай фосфор болон хүхэр агуулсан нэгдлүүдэд тохиромжтой. Цэвэрлэхгүйгээр ХХ-ДФД-ийн шинжилгээ хийх бол хандыг их хэмжээгээр шингэлсэн тохиолдолд (аргачлал C0) зөвхөн боломжтой

##### **А.6.5.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0 эсхүл S1-ээр боловсруулж гарган авсан уусмалыг ХХ-ДФД-ийн төхөөрөмж рүү оруулна. Хэмжилтийг өөр өөр ХХ-ийн багаж болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно

##### **А.6.5.3 Багаж**

Дараах ХХ-МС-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

##### **А.6.5.4 Тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийн жишээ**

###### **А.6.5.4.1 Төхөөрөмж 1**

Төхөөрөмж	Agilent GC 5890
Зөөгч хий	Гели, 8,0 мл/мин, тогтмол урсгал
Инжектор	Сплит/сплитлес буюу хуваалттай/үл хуваагдах
Тарих техник	60 секунд сплитлес, дараа нь сплит харьцаа 1:10
Тарилт	3 мкл
Инжектор температур	250°C
Багана	Цианопропилфенил 14%, диметилполисилоксан 86% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 15 м урттай, дотоод диаметр нь 0,53 мм, хальсны зузаан 1 мкм (жишээ нь DB1701)

Баганы температур	60°C-т 2 минут изотерм, 260°C хүртэл 10°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 260°C-т 10 минут изотерм барина.
Детектор	Фосфор эсхүл хүхрийн фильтр бүхий ДФД
Детекторийн температур	240°C
Детекторийн хий	Гели 14 мл/мин, устөрөгч 75 мл/мин, агаар 120 мл/мин

#### А.6.5.4.2 Төхөөрөмж 2

Төхөөрөмж	Fisons MEGA 5300
Зөөгч хий	Гели, 3,0 мл/мин, тогтмол урсгал
Инжектор	Сплит/сплитлес буюу хуваалттай/үл хуваагдах
Тарих техник	90 секунд сплитлес, дараа нь сплит харьцаа 1:20
Тарилт	2 мкл
Инжектор температур	250°C
Багана	Фенил 50%, диметилсилоксан 50% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,32 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь DB-17)
Баганы температур	70°C-т 2 минут изотерм, 130°C хүртэл 30°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 250°C хүртэл 50°C/мин, 260°C хүртэл 1°C/мин-аар тус тус өсгөж, 260°C-т 12 минут изотерм барина.
Детектор	Фосфор эсхүл хүхрийн фильтр бүхий ДФД
Детекторийн температур	130°C
Детекторийн хий	Гели 25 мл/мин, устөрөгч 100 мл/мин, хүчилтөрөгч 25 мл/мин

Фосфорорганик нэгдлүүдийг ХХ-ДФД (GC-FPD) шинжилгээгээр тодорхойлохдоо ихэвчлэн дунд зэргийн туйлшралтай баганыг ашигладаг. ДФД нь хүхэр агуулсан эсхүл цагаан тугалгат органик нэгдлүүдэд мөн тохиромжтой. Хүхэр агуулсан нэгдлүүдийн хэмжээг ДФД ашиглан тодорхойлохдоо нь агууламж болон төхөөрөмжийн дохио хооронд шугаман хамаарал байхгүй гэдгийг анхаарч үзэх хэрэгтэй.

Сплитлес тарилтын үед хроматографийн зуухны эхлэх температур нь эцсийн хандан дах уусгагчийн буцлах температураас 20°C бага байх ёстой.

Инжектор болон капиллярын баганын холболтын эхэн хэсэгт зарим нэгдлүүдийн хэсэгчилсэн задрал явагдсаны улмаас баригдах хугацааны шилжилт өөрчлөлт бий болдог. Дунд зэргийн туйлшралтай багана бүхий ХХ-д нэгдлийг хамгаалалтанд ашигдах хольц одоогоор тодорхойгүй байна. Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5]. Баганыг буцаан угааж болно. Буцаж угаах урсгалын үед сүүлийн шинжилгээний үлдэгдэл нэгдлүүдийг баганы урсгалынх нь урвуу хөөн зайлуулах ба ингэснээр баганад үлдсэн дэгдэмхий шинж багатай матрицуудыг баганы төгсгөлөөс хөөж гаргалгааны сувгаар шахан зайлуулна. Үр дүнд нь баригдах хугацааны шилжилт болон бохирдуулагч ионы эх үүсвэрийг багасгах боломжтой.

#### **А.6.6 Аргачлал D6: Электрон баригч детектор бүхий хийн хроматографиар шинжлэх (GC-ECD)**

##### **А.6.6.1 Зарчим**

Электрон баригч детектор бүхий хийн хроматографи нь E1-ээс E7 хүртэлх аргачлалаар хандлагдаж, C1-C5-ын аль нэгээр цэвэрлэгдэхдээ задардаггүй дэгдэмхий шинж чанартай хлорорганик нэгдлүүд болон пиретроидуудад тохиромжтой. Эцсийн хандын уусгагчийг солих шаардлагатай.

##### **А.6.6.2 Шинжилгээний явц**

Аргачлал S0-ээр гарган авсан хандын уусгагчийг сольсоны дараа электрон баригч детектор бүхий хийн хроматографийн төхөөрөмж рүү оруулна. Хэмжилтийг өөр өөр ХХ-ийн багаж болон багана ашиглан гүйцэтгэж болно

##### **А.6.6.3 Багаж**

Дараах ХХ-ийн ажиллах нөхцлүүд нь хангалттай хэдий ч эдгээр нь зөвхөн энд дурьдсан багажнууд дээрх шинжилгээний нөхцөлийн жишээ юм. Эдгээр нөхцлийг өөрчлөх нь аргаас гажсан зүйл биш болно.

#### **А.6.6.4 Тохиромжтой шинжилгээний нөхцөлийн жишээ**

##### **А.6.6.4.1 Төхөөрөмж 1**

Төхөөрөмж	Agilent GC 6890
Зөөгч хий	Гели, 1,0 мл/мин, тогтмол урсгал
Инжектор	Идэвхгүйжүүлэн нэг конустай шулуун лайнер бүхий сплит/сплитлес буюу хуваагч/үл хуваагчтай инжектор

Тарих техник	Импульст сплитлес, 200 кПа, импульсийн хугацаа 1,0 мин
Тарилт	1 мкл
Инжектор температур	240°C
Инжекторийн цэвэрлэгээ	Тарилтын дараах 1,5 мин (цэвэрлэх хугацаа) эхлэн цэвэрлэх урсгалыг 50 мл/мин хурдтайгаар гаргалгааны суваг руу шилжүүлнэ.
Багана	Фенил 5%, диметилсилоксан 95% агуулсан хайлуулсан цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,25 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь HP5 MS)
Баганы температур	70°C-т 2 минут изотерм, 170°C хүртэл 25°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 210°C хүртэл 3°C/мин, 290°C хүртэл 30°C/мин хурдтайгаар тус тус өсгөж 290°C-т 9 минут изотерм барина.
Детектор	63Ni-ECD
Детекторийн температур	300 °C
ЭБИ/ECD туслах хий	Азот, 70 мл/мин
ЭБИ/ECD анодын цэвэрлэгээ	Азот, 6 мл/мин

#### А.6.6.4.2 Төхөөрөмж 2

Төхөөрөмж	Agilent GC 7890A
Зөөгч хий	Гели, дундаж хурдтгал нь 80°C-т 35 см/сек,
Инжектор	Идэвхгүйжүүлэн нэг конустай шулуун лайнер бүхий сплит/сплитлес буюу хуваагч/үл хуваагчтай инжектор
Тарих техник	Сплитлес
Тарилт	1 мкл
Инжектор температур	250°C
Инжекторийн цэвэрлэгээ	Тарилтын дараах 0,5 минутаас (цэвэрлэх хугацаа) эхлэн цэвэрлэх урсгалыг 60 мл/мин хурдтайгаар гаргалгааны суваг руу шилжүүлнэ.
Багана	Барих хоолойн завсар ам (хайлуулж идэвхгүйжүүлсэн цахиуран гуурсан хоолой), 5 м, урттай дотоод диаметр 0,32 мм болон фенил 35%, диметилсилоксан 65% агуулсан хайлуулсан

	цахиур-капилляр, 30 м урттай, дотоод диаметр нь 0,32 мм, хальсны зузаан 0,25 мкм (жишээ нь DB-35 UI)
Баганы температур	80°C-т 0,5 минут изотерм, 175°C хүртэл 26°C/мин хурдтайгаар өсгөж, 235°C хүртэл 6,5°C/мин, 300°C хүртэл 15°C/мин хурдтайгаар тус тус өсгөж 300°C-т 6 минут изотерм барина.
Детектор	микроЭБИ/μECD
Детекторийн температур	340°C
ЭБИ/ECD туслах хий	Азот, 30 мл/мин

Эдгээр нөхцлийг Agilent шинжилгээний аргачлал 5990-9735EN-д дурдсан болно. (<http://www.chem.agilent.com/Library/applications/5990-9735EN.pdf>-ээс үзнэ үү).

Пестицидүүдийн баригдах хугацаа болон төхөөрөмжийн харьцангуй дохионы талаар SEN/TR 16468 "Хүнсний шинжилгээ - Пестицидийн үлдэгдлийг ХХ-МС-ээр тодорхойлох - Баригдах хугацаа ба масс спектрометрийн параметрууд" [4] -ийг үзнэ үү.

Сплитлес тарилтын үед хроматографийн зуухны эхлэх температур нь эцсийн хандан дах уусгагчийн буцлах температурыас 20°C бага байх ёстой. Инжектор болон капиллярын баганын холболтын эхэн хэсэгт зарим нэгдлүүдийн хэсэгчилсэн задрал явагдсаны улмаас баригдах хугацааны шилжилт өөрчлөлт бий болдог. Дунд зэргийн туйлшралтай багана бүхий ХХ-д нэгдлийг хамгаалалтанд ашигдах хольц одоогоор тодорхойгүй байна. Шинжлэх цуврал багцад стандарт уусмалуудыг тогтмол тарьж шинжлэх ба энэ нь ЕХ-ны Чанарын хяналтын явцын удирдамжид заагдсан болно [5]. Баганыг буцаан угааж болно. Буцаж угаах урсгалын үед сүүлийн шинжилгээний үлдэгдэл нэгдлүүдийг баганы урсгалынх нь урвуу хөөн зайлуулах ба ингэснээр баганад үлдсэн дэгдэмхий шинж багатай матрицуудыг баганы төгсгөлөөс хөөж гаргалгааны сувгаар шахан зайлуулна. Үр дүнд нь баригдах хугацааны шилжилт болон бохирдуулагч ионы эх үүсвэрийг багасгах боломжтой.

## **А.7 Тоон шинжилгээний нөхцөлийн (Q) тайлбар**

### **А.7.1 Нөхцөл Q1: Уусгагчтай гадаад стандарт ашиглан хэмжилт хийх**

#### **А.7.1.1 Зарчим**

Эцсийн ханд дах нэгдлийн агууламжийг тодорхойлохдоо уусгагч дах агууламж нь мэдэгдэж буй стандарттай харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ. Энэ нь CEN/TS 17061:2017, 4.1 ба 4.2-д өгөгдсөн калбировкийг тооцоолох, журамын талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Хэрэв төхөөрөмжийн дохионы эрчимжилтийн хэлбэлзэл цуврал шинжилгээний үед гараагүй, хандлах, цэвэрлэх, хэмжилтийн явцад алдагдлыг нөхөх шаардлагагүй, матрицын нөлөөллийг үгүйсгэх боломжтой бол энэ тоон шинжилгээний аргачлалыг хэрэглэнэ. (Хүснэгт 5-ыг хар)

#### **A.7.1.2 Шинжилгээний явц**

Төрөл бүрийн концентрацитай аналитик стандарт уусмалыг зохих уусгагч ашиглан эх уусмалыг шингэлэх замаар гаргаж авдаг. Эдгээр уусмалыг дээжийн хандтай хамт хроматогафид оруулна. Стандарт уусмалууд болон дээжний хандыг оргил пикээр (эсхүл өндөр) тодорхойлно. Тохиромжтой шалгалт тохируулгын функцийг сонгосны дараа (CEN/TS 17061:2017, 4.4.2-4.4.5-ыг үзнэ үү) дээжийн ханд дахь анализийн концентрацийг  $\rho_A$  тооцоолж болно.

#### **A.7.1.3 Тооцоо**

Дээж дэх шинжлэх бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо бүлэг 6.3-т өгөгдсөн  $\rho_A$ -ийн үндсэн дээр хийж болно.

### **A.7.2 Нөхцөл Q2: Матриц дахь гадаад стандартыг ашиглан хэмжилт хийх**

#### **A.7.2.1 Зарчим**

Эцсийн ханданд агуулагдах аналитын концентрацийг тодорхойлохдоо сайтар цэвэрлэсэн матрицын ханд дахь мэдэгдэж буй концентрацийн стандарттай харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ (матрицад тохирсон стандарт). Энэ нь CEN/TS 17061:2017, 4.1, 4.2, 4.3-т өгөгдсөн шалгалт тохируулгын журам, тооцооны талаархи ерөнхий тайлбарт (матрицын нөлөөг шалгах) хамаарна.

Хэрэв дохионы эрчмийн хэлбэлзэл нь дараалалд байхгүй, ялгаж авах, цэвэрлэх, хэмжих явцад алдагдлыг нөхөх шаардлагагүй, матрицын нөлөөллийг үгүйсгэх боломжгүй тохиолдолд энэ тоон хувилбарыг хэрэглэнэ.

#### **A.7.2.2 Шинжилгээний явц**

Өөр өөр концентрацитай аналитик стандарт уусмалыг сайтар цэвэрлэсэн эцсийн ханд ашиглан эх уусмалыг шингэлэх замаар гаргаж авдаг. Матрицтай тохирох стандартыг бэлтгэх өөр нэг арга бол сайтар цэвэрлэсэн тодорхой хэмжээний хандыг азотын зөөлөн урсгалын дор хуурай болтол ууршуулж, уусгагч дахь стандартын ижил хэмжээгээр дахин сэргээх явдал юм. Эдгээр уусмалыг дээжийн хандтай хамт

хроматогафид оруулна. Стандарт уусмалууд болон дээжийн ханд дахь шинжлэгчдийн оргил пикийг (эсхүл өндрийг) тодорхойлно. Тохиромжтой шалгалт тохируулгын функцийг сонгосны дараа (CEN/TS 17061:2017, 4.4.2-4.4.5-ыг үзнэ үү) дээжийн ханд дахь анализийн концентрацийг рА тооцоолж болно.

### **А.7.2.3 Тооцоолол**

Дээж дэх шинжлэх бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо 6.3-т өгөгдсөн рА-ийн үндсэн дээр хийнэ.

## **А.7.3 Нөхцөл Q3: Процедурын дотоод стандарт, уусгагч дахь стандартыг ашиглан хэмжилт хийх**

### **А.7.3.1 Зарчим**

Эцсийн ханданд тодорхойлогдсон аналитын концентрацийг тодорхойлохдоо процедурын дотоод стандартын тогтмол хэмжээг агуулсан уусгагч дахь мэдэгдэж буй концентрацийн стандарттай харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ. Энэ нь CEN/TS 17061:2017, 4.5-д өгөгдсөн дотоод стандартыг ашиглан шалгалт тохируулга хийх журам, тооцооны талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Ялгаж авах, цэвэрлэгээний явцад гарсан алдагдал эсхүл хэмжилтийн хэлбэлзлийг нөхөх шаардлагатай бөгөөд матрицын нөлөөллийг үгүйсгэх боломжтой бол энэ тоон хувилбарыг хэрэглэнэ.

### **А.7.3.2 Арга аргачлал**

Төрөл бүрийн концентрацитай аналитик стандарт уусмалыг өөр өөр эзэлхүүнтэй нөөцийн уусмал ба дотоод стандарт уусмалын тогтмол эзэлхүүнийг зохих уусгагч ашиглан тодорхой эзэлхүүнтэй болгон шингэлэх замаар гаргаж авдаг. Эдгээр уусмалыг дээжийн хандтай хамт хроматогафид оруулна. Стандарт уусмалууд болон дээжийн ханд дахь шинжлэгчдийн оргил пикийг (эсхүл өндрийг) тодорхойлно. CEN/TS 17061:2017, 4.5.1-ийн дагуу тохирох тохируулгын функцийг сонгосны дараа рА дээжийн ханд дахь шинжлэгдэх бодисын концентрацийг тооцоолно.

### **А.7.3.3 Тооцоолол**

Дээж дэх шинжлэх бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо 6.3-т өгөгдсөн рА-ийн үндсэн дээр хийнэ.

## **А.7.4 Нөхцөл Q4: Эцсийн ханд дээр стандарт нэмэлтийг ашиглан хэмжилт хийх**

### **А.7.4.1 Ерөнхий зарчим**

Эцсийн ханданд тодорхойлогдсон аналитын концентрацийг тодорхойлохдоо эцсийн ханд дахь задлан шинжлэлийн дохиог эцсийн хандны шинжлүүлэгчийн дохиотой

харьцуулах замаар гүйцэтгэдэг. Үүнийг CEN/TS 17061:2017, 4.6.3-д заасан журам, тооцооллын талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Зөвхөн матрицын нөлөөллийг нөхөх шаардлагатай бөгөөд зохих үлдэгдэлгүй материал байхгүй тохиолдолд энэ тоон хувилбарыг хэрэглэнэ. Энэ сонголтыг ашиглах нь задлан шинжилж буй бодисын концентраци болон илрүүлэх систем дэх хариу урвалын хооронд шугаман хамаарлыг тооцно.

#### **A.7.4.2 Журам**

Хэмжилт хийхээс өмнө тодорхойлогдох анализын тодорхой хэмжээг эцсийн хандын хэсгүүдэд нэмнэ. Бүх хэсгүүдийг уусгагчаар ижил хэмжээгээр дүүргэнэ. Төрөл бүрийн баяжуулсан эцсийн хандыг дээжийн өргөөгүй хандтай хамт хроматогафид оруулна. Шилжүүлээгүй болон өргөссөн ханд дахь анализын оргил пикийг (эсхүл өндрийг) тодорхойлж, гафикаар зурна (CEN/TS 17061:2017, 4.6.2-ыг үзнэ үү). Регессийн шугамыг ашиглан ханд дахь анализийн массыг тодорхойлж болно.

#### **A.7.4.3 Тооцоолол**

Дээж дэх шинжилгээний бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо CEN/TS 17061:2017, 4.6.2-д заасны дагуу хийнэ.

#### **A.7.5 Нөхцөл Q5: Процедурын дотоод стандарт, матриц эсхүл изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандартын стандартыг ашиглан хэмжилт хийх**

##### **A.7.5.1 Зарчим**

Эцсийн ханданд тодорхойлогдсон аналитын концентрацийг тодорхойлохдоо процедурын дотоод стандартын тогтмол хэмжээг агуулсан үлдэгдэлгүй материалаас (матрицтай тохирсон стандарт) матрицын ханд дахь мэдэгдэж буй концентрацийн стандарттай харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ. Үүнийг CEN/TS 17061:2017, 4.5-д заасан журам, тооцооллын талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Зөвхөн аналитийн молекултай изотопоор ялгаатай изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандартыг ашиглах нь онцгой тохиолдол юм. Матрицын нөлөөг энд ерөнхийдөө маш сайн нөхдөг тул стандартын хувьд үлдэгдэлгүй материалыг ашиглах шаардлагагүй болно.

Олборлолт, цэвэрлэх явцад гарсан алдагдал, хэмжилтийн хэлбэлзлийг нөхөх шаардлагатай эсхүл матрицын мэдэгдэхүйц нөлөөлөл гарсан тохиолдолд энэ тоон үзүүлэлтийг хэрэглэнэ.

##### **A.7.5.2 Шинжилгээний явц**

Төрөл бүрийн концентрацитай аналитик стандарт уусмалыг үлдэгдэлгүй материалаас матрицын хандыг ашиглан янз бүрийн эзэлхүүнтэй нөөцийн уусмал ба дотоод стандарт уусмалын тогтмол эзэлхүүнийг тодорхой хэмжээгээр шингэлэх замаар гаргаж авдаг. Эдгээр уусмалыг дээжийн хандтай хамт хроматогафид оруулна. Стандарт уусмалууд болон дээжийн ханд дахь шинжлэгчдийн оргил талбайг (эсхүл өндрийг) тодорхойлно. Тохиромжтой шалгалт тохируулгын функцийг сонгосны дараа (CEN/TS 17061:2017, 4.5.1-ийг үзнэ үү) дээжийн ханд дахь анализийн концентрацийг  $\rho_A$  тооцоолж болно.

Хэрэв изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандартыг хэрэглэвэл изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандарт уусмалын тогтмол эзэлхүүн ба уусгагч дахь уусгагч аналитийн уусмалын хувьсах эзэлхүүнийг тодорхойлсон эзэлхүүн хүртэл дүүргэнэ.

### **A.7.5.3 Тооцоолол**

Дээж дэх шинжлэх бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо 6.3-т өгөгдсөн  $\rho_A$ -ийн үндсэн дээр хийж болно.

Хэрэв изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандартыг ашиглавал олборлох уусгагчийн хэмжээ, шингэрүүлэх хүчин зүйл, матрицын нөлөө гэх мэтийг мэдэх шаардлагагүй тул тооцооллыг хялбаршуулна. Шинжилгээний материалын  $w_A$ -ийн массын хувийг тухайн дээжийн мэдэгдэж буй жинг ашиглан шалгалт тохируулга хийснээс шууд авч болно. Изотопоор тэмдэглэгдсэн дотоод стандарт уусмалын тогтмол эзэлхүүн ба уусгагч дахь уусгагч уусмалын хувьсах эзэлхүүнийг тодорхой эзэлхүүн хүртэл дүүргэнэ. Дээж дэх шинжилгээний бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо CEN/TS 17061:2017, 4.5.2 ба 4.5.3-т заасны дагуу хийж болно.

### **A.7.6 Сонголт Q6: Дээж дэх стандартыг ашиглан хэмжилт хийх**

#### **A.7.6.1 Зарчим**

Дээжинд тодорхойлогдсон аналитын концентрацийг тодорхойлохдоо дээжийн эцсийн ханд дахь задлан шинжлэгчийн дохиог тодорхой хэмжээний анализ хийсэн ижил дээжийн эцсийн хандны шинжилгээний дохиог харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ. Энэ тохиолдолд хандлахаас өмнө дээжинд тодорхой хэмжээний шинжлэгдэх бодис нэмнэ. Энэ нь CEN/TS 17061:2017, 4.6.1-д заасан журам, тооцооллын талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Сонголтыг ашиглах нь задлан шинжилж буй бодисын концентраци болон илрүүлэх систем дэх хариу урвалын хооронд шугаман хамаарлыг тооцно. Хандлах, цэвэрлэх явцад шинжлэгдэх бодисын алдагдал эсхүл хэмжилтийн хэлбэлзлийг нөхөх шаардлагатай, үлдэгдэлгүй зохих материал байхгүй тохиолдолд энэхүү тоон хувилбарыг хэрэглэнэ.

#### **A.7.6.2 Шинжилгээний явц**

Хандлахын өмнө тодорхойлох ёстой аналитийн тодорхой хэмжээг дээжийн туршилтын хэсгүүдэд нэмнэ. Дараа нь стандарт нэмсэн болон нэмээгүй дээж нь бүтэн аналитик процедурыг дамждаг. Стандарт нэмсэн болон нэмээгүй дээжин дэх шинжилгээний бодисын оргил пикийг (эсхүл өндрийг) тодорхойлж, гафикаар зурна (CEN/TS 17061:2017, 4.6.3-ыг үзнэ үү). Регессийн шугамыг ашиглан дээжинд агуулагдах бодисын массыг тодорхойлж болно.

### **A.7.6.3 Тооцоолол**

Дээж дэх анализын үлдэгдлийг тооцоолохдоо CEN/TS 17061:2017, 4.6.3-д заасны дагуу хийж болно.

### **A.7.7 Нөхцөл Q7: Процедурыг бүхэлд нь тохируулж хэмжилт хийх**

#### **A.7.7.1 Зарчим**

Эцсийн ханданд тодорхойлогдсон шинжлэгдэх бодисын концентрацийг тодорхойлохдоо дээжийн эцсийн хандан дахь задлан шинжлэлийн дохиог шалгалт тохируулгын дээжийн эцсийн хандны задлан шинжлэлийн дохиотой харьцуулах замаар гүйцэтгэнэ. Дээж болон шалгалт тохируулгын дээж нь бүхэл бүтэн аналитик процедурыг дамждаг. Үүнийг CEN/TS 17061:2017, 4.7-д заасан журам, тооцооллын талаархи ерөнхий тайлбарт дурдсан болно.

Хэрэв системчилсэн гол буюу доод олдворуудыг нөхөх шаардлагатай бол, матрицын нөлөөг нөхөх шаардлагатай бол, зохих үлдэгдэлгүй материал байхгүй тохиолдолд энэ тоон үзүүлэлтийг хэрэглэнэ.

#### **A.7.7.2 Шинжилгээний явц**

Хандлахын өмнө тодорхойлох ёстой аналитийн тодорхой хэмжээг шалгалт тохируулгын дээжийн туршилтын хэсгүүдэд нэмнэ. Дараа нь тохируулаагүй дээжүүд болон шалгалт тохируулгын сорьцын туршилтын хэсгүүд нь бүхэл бүтэн аналитик процедурыг дамждаг. Шалгалтгүй болон өргөсгүй шалгалт тохируулгын дээжинд агуулагдах бодисын оргил талбайг (эсхүл өндрийг) тодорхойлно. Тохиромжтой шалгалт тохируулгын функцийг сонгосны дараа (CEN/TS 17061:2017, 4.4.3-аас 4.4.4-ийг үзнэ үү) дээжийн ханд дахь анализийн концентрацийг  $\rho_A$  тооцоолж болно.

#### **A.7.7.3 Тооцоолол**

Дээж дэх шинжлэх бодисын үлдэгдлийг тооцоолохдоо 6.3-т өгөгдсөн  $\rho_A$ -ийн үндсэн дээр хийж болно.

**Хавсралт В**  
(мэдээлэл)

**Нэмэлт мэдээлэл**

## **В.1 Ерөнхий**

Энэхүү арга (QuEChERS) нь анх 2003 онд [7]-д хэвлэгдсэн бөгөөд дараа нь аналит болон матрицын спектрийг өргөжүүлэхийн тулд одоогийн журамд нэмэлт өөрчлөлт оруулсан.

## **В.2 Буфер-давсны хольц бэлтгэх (А.1.8)**

Хэрэв худалдаанд байгаа буфер-давсны хольцыг ашиглахгүй бол дээж хуваагч ашиглан энэ хольцын хэд хэдэн хэсэг болгон бэлтгэх нь ашигтай байдаг.

## **В.3 Цэвэрлэгээнд зориулсан урвалжууд**

Цэвэрлэх бодис нь центрифугийн түбд шууд хэрэглэхэд бэлнээр савлагдсан биш бол цэвэрлэгээний бодисыг эхлээд центрифугийн түбүүдэд дүүргэхийг зөвлөж байна. Энэ тохиолдолд дээж хуваагч ашиглах нь тустай.

## **В.4 Хандлах хугацааг уртасгах**

Хандлалтын үр дүнг нэмэгдүүлэхийн тулд хандлах хугацааг  $\geq 15$  минут хүртэл сунгах шаардлагатай. Хөлдөөсөн дээжинд анх санал болгож байсан хандлах (сэгсрэх) хугацааг 1 минутын турш ашиглахад зарим пестицидийн гарц бага байгааг анзаарсан. Тогтворгүй аналитийн задрал багасгахын тулд хандлах хугацаа 60 минутаас хэтрэхгүй байх ёстой.

## **В.5 Дотоод стандартгүй ажиллах**

Эзлэхүүний хорогдлийн хэмжээ, матрицын бүрэлдэхүүн хэсгүүдийн фазын хуваагдалд үзүүлэх нөлөөг тодруулахын тулд гурван лабораторид тусгай туршилт хийсэн. Ургамлын гаралтай 15 төрлийн хүнсний бүтээгдэхүүнд (цай, улаан буудайн гурил орно) тус бүр 20 пестицид цацсан. Түүхий хандыг цэвэрлэхгүйгээр гэхдээ матрицын нөлөөг арилгахын тулд хангалттай шингэрүүлсний дараа ШХ-МС/МС-ээр шинжилсэн. Нөхөн сэргэлт нь ацетонитрилийн фазын эзэлхүүнээс (7.0 мл-ээс 10.5 мл хүртэл) хамааралгүй болохыг анзаарсан. Ацетонитрил ба ургамлын хатуу хэсгүүдтэй усны фазын хоорондох давхарга заримдаа 5 мл-ээс их байдаг (жишээ нь авокадо, нимбэг, цай, улаан буудайн гурил). Гэсэн хэдий ч нэг лабораторид нэг матрицад нийлүүлсэн бүх пестицидийн дундаж нөхөн сэргэлт 77% -иас 114% хооронд хэлбэлзэж байна. Хоёр матрицаас (авокадо, цай) бусад гурван лабораторийн дундаж утгыг авч үзвэл нөхөн сэргээх дундаж утга нь 97% - 103% байна. Туршилтууд нь 10 мл-ийн хандлалтын хэмжээг засахын тулд дотоод стандарт шаардлагагүй болохыг харуулсан.

## **В.6 Масштаб**

Хандлалтын модулиудад туршилтын хэсгийн тогтмол массыг (жишээлбэл, 10 г, 5 г эсхүл 2 г) зааж өгсөн болно. Энэ хэмжээ нь цэвэрлэх процедурт ашигласан 6 мл түүхий ханд бэлтгэхэд хангалттай. Ашигласан урвалжуудын хэмжээ ижил пропорциональ хэвээр байвал хандлах болон цэвэрлэх үйлдлүүдийг хүссэн хэмжээгээрээ өргөжүүлэх боломжтой. Гэсэн хэдий ч ашигласан түүврийн хэмжээ бага байх тусам дэд түүврийн хэлбэлзэл өндөр байх болно гэдгийг санах нь зүйтэй.

Баталгаажуулалтын нэг хэсэг болгон лаборатори бүр үүссэн үлдэгдэл агуулсан загвар дээж дээр үндэслэсэн бутлагч төхөөрөмжийг ашиглах үед олж авсан дэд дээжийн ердийн тархалтыг шалгах хэрэгтэй.

#### **В.7 рН-ын утгыг тохируулах**

Хандлах явцад цитрат буферийн давс (А.1.8) нэмснээр ихэнхдээ дээж 5-аас 5,5 хүртэлх рН-тай болдог. Энэхүү рН-ийн хязгаар нь хүчиллэг гербицидийг тоон хэмжээгээр ялгаж авах, шүлтэнд тэсвэртэй (жишээлбэл, каптан, фолпет, толилфлуанид) болон хүчилд тэсвэртэй (жишээ нь, пиметрозин, диоксакарб) нэгдлүүдийг хамгаалахад хангалттай хэмжээнд хүрсэн байдаг.

PSA (А.1.15)-тай харьцсаны дараа хандны рН нэмэгдэж, рН утга нь 8-аас давсан байна. Энэ нь үндсэн мэдрэмтгий пестицидийн тогтвортой байдлыг алдагдуулж болзошгүй (жишээлбэл, каптан, фолпет, дихлофлуанид, толилфлуанид, пиридат, метиокарб сульфониолон,). Хэрэв хандыг рН 5 хүртэл хурдан хүчиллэгжүүлбэл ийм нэгдлүүдийн задрал мэдэгдэхүйц буурч, хэдэн өдрийн турш хадгалах боломжтой. Энэ рН-ийн хувьд хүчилд тэсвэртэй пестицидүүд (жишээлбэл, пиметрозин, диоксакарб, тиодикарб) хэд хоногийн турш хангалттай тогтвортой байдаг.

Зөвхөн зарим маш мэдрэмтгий гербицидүүд болох сульфонил мочефин гербицид, карбосульфан ба бенфуракарб зэрэг нь рН 5 орчинд тэсвэргүй болох нь нотлогдсон. Гэсэн хэдий ч эдгээр нэгдлүүд нь хүчиллэгжүүлээгүй хандны рН-д (тархах SPE-ийн дараа) хэд хоногийн турш тогтвортой байдаг нь батлагдсан. Хэрэв эдгээр нэгдлүүд нь шинжилгээний хүрээнд байгаа бол хүчиллэгжүүлээгүй хандны хэсгийг хэмжихэд хэрэглэнэ. Хэмжилтийг хурдан хийх боломжтой бол рН 5-тай хандыг мөн ашиглаж болно. Гэсэн хэдий ч хамгийн хүчиллэг сульфониолмоурын бодисууд PSA-р цэвэрлэх явцад алдагдалд ордог гэдгийг тэмдэглэх нь зүйтэй. Эдгээрийг түүхий ханднаас шууд хүчиллэг пестицидтэй хамт шинжилж болно (6.3 ба А.4).

#### **В.8 Сэргээх судалгаа**

Сэргээх судалгаанд, жишээлбэл 10 г дээжин дээр ацетонитрил эсхүл ацетоний уусмалд байгаа 100 мкл пестицидийн уусмалаар баяжуулна. Вортекс/холигч/ (А.2.13) ашиглаж богино чичиргээ үүсгэх нь уусгагч болон пестицидийг дээжинд сайн тараахад тусална. Үүнээс их хэмжээний стандарт уусмал (жишээ нь > 200 мкл) ашиглан баяжуулахаас зайлсхийх хэрэгтэй. Хэрэв энэ боломжгүй бол эцсийн хандын матрицын концентрацийн зөрүүгээс зайлсхийхийн тулд матрицад тохирсон калибровкын уусмал бэлтгэхэд ашигласан хоосон дээжээр эзлэхүүнийг тэнцвэржүүлэх шаардлагатай.

#### **В.9 GCB-ээр цэвэрлэх**

Зарим хавтгай бүтэцтэй пестицид ба дотоод стандартууд нь ГНХС (GCB)-ийн хавтгай бүтэцтэй маш их холбоотой байдаг гэдгийг анхаарах хэрэгтэй. Гэвч сэргээх судалгаанууд нь ГНХС (GCB)-тай тархсан ХФО (D-SPE)-ийн дараа ханд нь тодорхой

хэмжээний хлорофилл эсхүл каротиноид агуулсан байвал мэдэгдэхүйц алдагдал гарахгүй болохыг харуулсан. Антраценийг (эсхүл D10-Anthracen) QC стандарт болгон ашиглаж болно (Хүснэгт 1-ийг үз). Хэрэв антрацений ялгаралт 70%-иас дээш байвал нүүрстөрөгчтэй хамгийн их хамааралтай хавтгай бүтэцтэй пестицидийн хувьд энэ нь мөн адил байх болно.

#### **В.10 Эцсийн хандын концентрац болон уусгагч бодис солих**

Хэрэв их хэмжээний тарилга (3 мкл ба түүнээс дээш) хийх боломжгүй бөгөөд сонирхож буй нэгдлүүдийн илрүүлэхийг хүссэн хязгаарт хүрч чадахгүй бол эцсийн хандын концентраци болон шаардлагатай бол уусгагч бодисын солилцоог авч үзэж болно.

Хэрэв ХХ-МС хэрэглэж байгаа бол хандыг ууршуулж энгийн концентраци нь дөрөв дахин их байх ёстой. Үүнд хүрэхийн тулд, жишээлбэл. 4 мл хүчиллэгжүүлсэн хандыг (рН 5) туршилтын хоолой руу шилжүүлж, азотын зөөлөн урсгалын дор 40°C-т ойролцоогоор 1 мл хүртэл ууршуулна. Уусгагч бодисыг солих нь ХХ-ийн гүйцэтгэл нь ацетонитрилийн хувьд хангалтгүй эсхүл NPD (PTV форсункгүй) ашиглах үед хийж болох сонголт юм. Энэ зорилгоор хандыг азотын зөөлөн урсгалын дор 40 ° C-т хуурай болтол нь ууршуулж, 1 мл тохиромжтой уусгагчид уусгана (додекан гэх мэт хадгалагчийн зарим дусал нь хамгийн дэгдэмхий нэгдлүүдийн алдагдлыг бууруулахад тусалдаг). Хоосон хандыг (калибровкийн уусмал бэлтгэхэд шаардлагатай) ижил аргаар боловсруулах шаардлагатай.

#### **Хавсралт С**

(мэдээлэл)

#### **Товчилсон үгс**

Энэхүү баримт бичигт ашигласан товчилсон үгсийг С.1 хүснэгтэд жагсаан тайлбарлав.

**Table C.1 —Товчилсон үгсийн жагсаалт**

<b>Товчилсон үг</b>	<b>Утга</b>
APCI ХИАМД	Atmospheric Pressure Chemical Ionization/Химийн ионжилтийн агаар мандлын даралт
c	substance concentration/ бодисын концентраци
C18	octadecyl-silyl-modified silica gel/ октадецил-силил-р өөрчлөгдсөн силика гель
ciSTD	concentration of internal standard/дотоод стандартын кофенртаци

ccal mix ISTD	dilution of internal standard solution to generate calibration mixtures/ калибровкийн холимогийг бэлдэх дотоод стандартын шингэлэлт
D-SPE	Dispersive Solid Phase Extraction/тархсан Хатуу фазын олборлолт /хандлалт
ECD	Electron Capture Detector/Электрон баригч илрүүлэгч
EI	Electron Impact ionisation/Электроний нөлөөтэй ионжилт
ESI	ElectroSpray Ionisation/Электроспрэе ионжилт
FPD	Flame Photometric Detector/Дөлний фотометр илрүүлэгч
FWHM	Full width of half maximum/ Бүтэн өргөн хагас дээд тал нь
<i>g</i>	9,81 ms <sup>-2</sup>
GC	Gas Chromatography/Хийн хроматогаф
GCB	Graphitised Carbon Black sorbent/ Гафитжүүлсэн нүүрстөрөгчийн хар сорбент
GC-MS	Hyphenation of Gas Chromatography and Mass Spectrometry/ Хийн хроматогафи ба масс спектрометри
GC-MS/MS	Hyphenation of Gas Chromatography and tandem Mass Spectrometry/ Хийн хроматогафи ба тандем масс спектрометри
HPLC	High Performance Liquid Chromatography/Өндөр үзүүлэлттэй шингэний хроматогафи
ID	Inner diameter/Дотоод диаметр
ISTD	Internal standard/Дотоод стандарт
ITD	Ion Trap Detector/ Ион илрүүлэгч
LC-HR-MS	Hyphenation of Liquid Chromatography and High Resolution Mass Spectrometry/ Шингэн хроматогафи ба өндөр нарийвчлалтай масс спектрометр
LC-MS	Hyphenation of Liquid Chromatography and Mass Spectrometry/ Шингэн хроматогафи ба масс спектрометрийн зураас
LC-MS/MS	Hyphenation of Liquid Chromatography and tandem Mass Spectrometry/ Шингэн хроматогафи ба тандем масс спектрометри
Log P	Logarithm to the base 10 of octanol-water partition coefficient/ Октанол-ус хуваах коэффициентийн 10 суурьтай логарифм/
MRL	Maximum Residue Level/Үлдэгдлийн зөвшөөрөгдөх дээд хэмжээ
MRM	Multi Reaction Monitoring/Олон төрлийн урвалын хяналт
MS	Mass spectrometry/Масс спектрометр
MS/MS	Tandem Mass Spectrometry/ Тандем масс спектрометер
MSD	Mass Selective Detector/Сонгомол масс детектор

Abbreviation	Meaning
NaOH	Sodium hydroxide/Натрийн гидроксид
NCI	Negative Chemical Ionization/Химийн сөрөг ионжилт
NPD	Nitrogen Phosphorus Detector/Азотын фосфорын илрүүлэгч
ODS	Octadecylsilane/Октадецилсилане
PCI	Positive Chemical Ionization/Химийн эерэг ионжилт
pKa	Negative logarithm to the base 10 of acid dissociation constant (Table 2, C0)/ Хүчлийн диссоциацийн тогтмолын 10 суурьтай сөрөг логарифм
PSA	Primary Secondary Amine sorbent/Анхдагч хоёрдогч амин сорбент
PTV	Programmable Temperature Vaporizer/Програмчлагдсан температурт ууршуулагч
QC	Quality Control/Чанарын хяналт
Rt	Retention time/Баригдах хугацаа
Rt(A)	Retention time of analyte/Аналитын баригдах хугацаа
Rt(ISTD)	Retention time of internal standard/Дотоод стандартын баригдах хугацаа
SIM	Selected Ion Monitoring/Сонгосон ионы хяналт
SPE ХФХ	Solid Phase Extraction/Хатуу фазын хандлалт
SRM	Selected Reaction Monitoring/Сонгосон урвалын хяналт
TOF	Time-Of-Flight/Нисэх хугацаа
UHPLC	Ultra High Performance Liquid Chromatography/Хэт Өндөр үзүүлэлттэй шингэний хорматогаф
UPLC-MS/MS	Hyphenation of Ultra-Performance Liquid Chromatography and tandem Mass Spectrometry/ Хэт гүйцэтгэлтэй шингэний хроматогафи ба тандем масс спектрометр
w	mass fraction/Массын хэсэг
wA	mass fraction of the identified active substance/Идэвх нь тодорхойлогдсон бодисын массын хэсэг
ρ	mass concentration/массын концентраци
ρ A	mass concentration of active substance in the final extract/Эцсийн хандан дах идэвхтэй бодисын массын концентраци
ρ sample	mass concentration of the sample in the final extract/ Эцсийн хандан дах дээжний массын концентраци
φ	volume fraction/ эзэлхүүний хэсэг
V1	used aliquot of raw extract/Түүхий хандны ашигласан хэсэг

$V_2$	added volume of water or acetonitrile/water/Ацетонитрил эсхүл усны нэмэгдсэн хэмжээ
$V_{Ex}$	volume of the organic phase after extraction/Хандлалтын дараах органик фазын хэмжээ
$V_{add}$ ISTD	added volume of internal standard solution/Дотоод стандартын нэмэгдсэн хэмжээ
$m_{sample}$	mass of test portion/Туршилтын хэсгийн масс
$\rho_{add}$ ISTD	mass concentration of added internal standard solution/Дотоод стандарт дээр нэмсэн массын концентраци
$\rho_{raw\ extract\ ISTD}$	mass concentration of internal standard in raw extract/Түүхий хандан дах дотоод стандартын массын концентраци
$\rho_{final\ extract\ sample}$	mass concentration of sample in final extract/Эцсийн хандан дах дээжний массын концентраци
$\rho_{raw\ extract\ sample}$	mass concentration of sample in raw extract/ Түүхий хандан дах дээжний массын концентраци

#### Ном зүй

- [1] Arbeitsgruppe „Pestizide“: 5. Empfehlung: Kriterien zur Vorbereitung und Reduzierung von Proben pflanzlicher Lebensmittel für die Rückstandsanalyse von Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmitteln. *Lebensmittelchemie*. 1995, **49** pp. 40–42
- [2] CEN/TR 15641, *Food analysis - Determination of pesticide residues by LC-MS/MS - Tandem mass spectrometric parameters*
- [3] CEN/TR 16699, *Foodstuffs - Determination of pesticide residues by GC-MS/MS - Tandem mass spectrometric parameters*
- [4] CEN/TR 16468, *Food analysis - Determination of pesticide residues by GC-MS - Retention times, mass spectrometric parameters and detector response information*
- [5] DG-SANTE, Guidance document on analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed, Document SANTE/11813/2017, 21 - 22 November 2017
- [6] DATA POOL OF THE EU REFERENCE LABORATORIES FOR RESIDUES OF PESTICIDES. online resources: <http://www.eurl-pesticides-datapool.eu>
- [7] ANASTASSIADES M., LEHOTAY S.J., STAJNBAHER D., SCHENCK F.J. Fast and Easy Multiresidue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and “Dispersive Solid-Phase Extraction” for the Determination of Pesticide Residues in Produce. *J. AOAC Int.* 2003, **86** (2) pp. 412–431
- [8] CEN/TR 17063:2017, Foods of plant origin - Multimethod for the determination of pesticide residues using GC- or LC-based analysis following acetonitrile

extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE - Validation data of the modular QuEChERS-method

Стандартын Төсөл