

УДК:614.3:632.95:63-027.3:339.564

ЗЕМЦОВА О.В., МАКСИМЧУК И. С., БАРАНОВ Ю.С., БЕЛОУС А.А., КУЧМА П.А.,  
БРОДЕЦКАЯ Е. М., ЗАХАРЕВИЧ Д.С.**ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДОЛОГИИ QUECHERS ДЛЯ РАЗРАБОТКИ МЕТОДИК  
ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЕСТИЦИДОВ В РАСТИТЕЛЬНЫХ  
МАСЛАХ И МАСЛОСОДЕРЖАЮЩЕМ СЫРЬЕ**

Предложена блок-схема и метрологические параметры методики определения микроколичеств пестицидов различных химических классов и групп в растительных маслах (подсолнечник, соя, рапс) и масличном сырье (семена, зерно, шрот) с использованием мультикомпонентного анализа (*multiresidues method* или *MRM*), основанной на оригинальной и экспериментальной пробоподготовке по методологии одновременной экстракции *QuEChERS* (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe* – быстро, легко, дешево, эффективно, надежно и безопасно) и инструментальном анализе методами газожидкостной хроматографии с масс-детектором (ГЖХ/МС) и высокоэффективной жидкостной хроматографии с масс-детектором (ВЭЖХ/МС/МС). Методика позволяет одновременно определять большое количество пестицидов (хлорорганические и фосфорорганические пестициды, пиретроиды, коназолы, сульфонилмочевины, карбаматы, стробилурины, неоникотиноиды, ацетанилиды и др.) в вышеупомянутых матрицах с метрологическими характеристиками на уровне нормативных требований. Методика успешно использовалась в рутинном анализе для контроля соответствующей продукции в 2014-2017 гг. и при выполнении проф-тестов.

**Ключевые слова:** пестициды, растительные масла, масличное сырье, хроматография, масс-спектрометрия.

Запропоновано блок-схему та метрологічні параметри методики визначення мікроколікостей пестицидів різних хімічних класів і груп в рослинних оліях (соняшник, соя, ріпак) і олійній сировині (насіння, зерно, шрот) з використанням мультикомпонентного аналізу (*multiresidues method* або *MRM*), заснованої на оригінальній і експериментальній пробопідготовці за методологією одночасної екстракції *QuEChERS* (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe* – швидко, легко, дешево, ефективно, надійно і безпечно) і інструментальному аналізу методами газорідинної хроматографії з мас-детектором (ГРХ/МС) і високоефективної рідинної хроматографії з мас-детектором (ВЕРХ/МС/МС). Методика дозволяє одночасно визначати велику кількість пестицидів (хлорорганічні і фосфорорганічні пестициди, піретроїди, коназоли, сульфонілсечовини, карбамати, стробілурини, неонікотинноїди, ацетаніліди та ін.) у вищезазначених матрицях з метрологічними характеристиками на рівні нормативних вимог. Методика успішно використовувалася в рутинному аналізі для контролю відповідної продукції в 2014-2017 рр. і при виконанні проф-тестів.

**Ключові слова:** пестициди, рослинні олії, олійна сировина, хроматографія, мас-спектрометрія.

*The block - chart and metrological parameters of MRM (using multiresidues method) for determination the microquantities of pesticides of various chemical classes and groups in vegetable oils (sunflower, soybean, rapeseed) and oilseed raw materials (seeds, grains, croutons based on original and experimental sample preparation using the methodology of simultaneous extraction QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) and instrumental analysis by gas-liquid chromatography with mass detector (GLC/MS) and high performance liquid chromatography with a mass detector (HPLC/MS/MS) methods is proposed. The method allows to simultaneously determine a large number of pesticides (organochlorine and organophosphorus pesticides,*

*pyrethroids, conazoles, sulfonylureas, carbamates, strobilurins, neonicotinoids, acetanilides, etc.) in the above matrices with metrological characteristics at the level of regulatory requirements. The technique was successfully used in the routine analysis to control the relevant products in 2014-2017, and the implementation of professional tests.*

**Key words:** *pesticides, vegetable oils, oilseed raw materials, chromatography, mass spectrometry.*

В современной аналитической практике контроля остаточных количеств ксенобиотиков методология QuEChERS является основой MRM методик определения пестицидов, микотоксинов, ПХБ, ПАУ, антибиотиков [1-7] в различных матрицах. Состоянием на 01.01.2016 г. существует более 900 публикаций методов контроля ксенобиотиков, в которых использована методология QuEChERS в различных вариантах и модификациях.

В Украинской лаборатории качества и безопасности продукции агропромышленного комплекса (УЛЯБП АПК) Национального университета биоресурсов и природопользования (НУБиП) Украины метод QuEChERS используется с 2007 г, т.е. до появления стандартной методики EN 15662:2008 [8], результаты валидации которой в УЛЯБП АПК в 2007 г были включены в вышеупомянутый стандарт. Использование стандартной пробоподготовки QuEChERS, или же в вариантах Ассоциации аналитических сообществ (АОАС INTERNATIONAL) [2], либо при безбуферной экстракции не вызывает негативных матричных эффектов при анализе овощей, фруктов и других матриц с содержанием липидов до 4 %. Однако, при анализе растительных масел, семян масличных культур, шрота наблюдаем низкий возврат аналита на фоне искажения результатов хроматографического анализа за счет значительного влияния матрицы. Учитывая то, что растительные масла и маслосодержащее сырье являются основной статьей аграрного экспорта Украины, необходимость надежного контроля остатков пестицидов в этих матрицах не вызывает сомнений. В УЛЯБП АПК НУБиП Украины в 2014-2015 гг. были выполнены исследования по разработке MRM методики определения массовых концентраций пестицидов в растительных маслах (подсолнечник, соя, рапс) и сырье этих культур.

В качестве пробоподготовки использовался метод QuEChERS в различных вариантах, в том числе и стандартном (для сравнения). Предварительный поиск экстрагентов аналитов из масел, сорбентов для дисперсионной твердофазной экстракции (dispersive solid phase extraction – dSPE) проводился на основе анализа их физико-химических показателей – логарифма коэффициента распределения органических соединений в системе октанол – вода ( $\log K_{o/w}$ ), отрицательного десятичного логарифма константы диссоциации ( $pK_a$ ), растворимости в воде и органических растворителях, давления насыщенного пара и др. В работе использовали методы ГРХ/МС и ВЭЖХ/МС/МС. В итоге был разработан экспериментальный метод определения массовых концентраций пестицидов в растительных маслах. Сущность предложенного метода заключается в микроэкстракции «жидкость-жидкость» (масло – смесь растворителей), из которого исключена стадия добавления воды и солей, проведенная в два этапа. Экстракция пестицидов из масла производится смесью растворителей ацетонитрила, гексана и дихлорметана в соотношении 100:20:20 (об. %). Подготовка пробы завершается дисперсионной очисткой экстрактов на смеси сорбентов силикагеля С 18, вторичной анионообменной смолы с первичными/вторичными аминами (PSA – primary/secondary amine) и безводного  $MgSO_4$ . В отдельных случаях применяется колоночная очистка на окиси алюминия. Блок-схема метода приведена ниже.

Сравнение полноты извлечения аналитов из растительных масел стандартным методом QuEChERS и экспериментальным продемонстрировало некоторые преимущества предложенного метода, таблица 1.

**Блок-схема 1**

**Анализ пестицидов (ГЖХ/МС) в растительных маслах методом модифицированного QuEChERS с очисткой экстрактов dSPE и дополнительной колоночной очисткой**

<b>Экстракция</b>	<b>Очистка dSPE</b>
Взвесить 10 ± 0.1 г растительного масла	Добавить к сухому остатку в сердцевидную колбу 1 мл смеси растворителей ацетонитрил : гексан : дихлорметан (100:20:20)
Добавить 10 мл смеси растворителей ацетонитрил : гексан : дихлорметан (100:20:20), интенсивно встряхивать в течение 1.5 мин. Центрифугирование 7000 об/мин, 7 мин.	Произвести дисперсионную очистку 1 мл экстракта на смеси сорбентов Supelco 55229-U (50 мг PSA, 50 мг C18, 150 мг MgSO <sub>4</sub> ) интенсивным встряхиванием 1 мин. Центрифугирование 7000 об/мин, 7 мин.
Перенести дозатором 5 мл верхнего органического слоя в сердцевидную колбу для упаривания.	Перенести 0.7 мл очищенного экстракта в вialу емкостью 2 мл, анализ экстракта методом ГЖХ/МС с использованием специального программного обеспечения ГЖХ/МС фирмы Agilent – DRS-AMDIS, или ВЭЖХ/МС/МС.
Добавить к навеске масла в центрифужной пробирке вторую порцию 10 мл смеси растворителей, интенсивно встряхивать в течение 1.5 мин. Центрифугирование 7000 об/мин, 7 мин.	Дополнительная очистка экстрактов: объединенный упаренный экстракт 10 г растительного масла перенести двумя порциями по 10 мл петролейного эфира на колонку, заполненную 7 г Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 7 г Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Перенести дозатором 8 мл верхнего органического слоя в сердцевидную колбу.	Элюировать 30 мл смеси 15/85 диэтиловый эфир/петролейный эфир. Элюент перенести в сердцевидную колбу, упарить до последней капли на роторном испарителе и растворить в 1 мл гексана.
Упарить объединенный экстракт на роторном испарителе при 40 °С и остаточном давлении 20 мм рт.ст. до одной капли.	Провести хроматографирование и скрининг экстракта методом ГЖХ/МС с использованием программного обеспечения DRS-AMDIS, или ВЭЖХ/МС/МС.

**Таблица 1**

**Влияние log Ko/w пестицидов на возврат аналитов при анализе растительных масел**

<b>Пестицид</b>	<b>log Ko/w</b>	<b>Возврат QuEChERS, %</b>	<b>Возврат экспериментальным методом, %</b>
металаксил	1.71	68,0	110.0
альфа-ГХЦГ	3.5	26.0	73.0
гептахлор	5.44	8.0	40.0
бифентрин	6	30.0	59.0
ПХБ	4.3-8.26	19.0	32.0
4.4'-ДДТ	6.19	28.0	50.0
дельтаметрин	4.6	37.0	73.0
диазинон	3.3	66.0	100.0
гексахлорбензол	3.9	12.0	14.0
хлорпирифос	4.7	42.0	62.0
пиримифос-метил	3.9	67.0	93.0
хлопирифос-метил	4.24	47.0	109.0
лямбда-цигалотрин	7	36.0	87.0
альфа-циперметрин	6.9	63.0	94.0
оксадиксил	0.8	84.0	98.0
тефлутрин	6.5	64.0	81.0
тетраметрин	4.6	45.0	90.0
малатион	2.75	87.0	77.0

В таблице 1 приведены сведения, иллюстрирующие связь между коэффициентом распределения октанол-вода, возвратом при пробоподготовке оригинальным QuEChERS, и процентом возврата при пробоподготовке предлагаемым методом для ряда пестицидов. Из таблицы следует, что липофильные пестициды, имеющие высокое значение  $\log K_o/w$ : бифентрин (6), гептахлор (5.44), ДДТ(6.19), лямбда-цигалотрин (7) плохо перераспределяются из масла в ацетонитрил, применяемый для экстракции. Степень извлечения их из масла удастся существенно повысить, введением в систему гексана и хлористого метилена, что подтверждает увеличение процента возврата от 30 до 59 для бифентрина, от 8 до 40 для гептахлора, от 28 до 50 для ДДТ и от 36 до 87 для лямбда-цигалотрина.

Метод, представленный в блок-схеме 1, разработан для ГЖХ/МС и позволяет определять массовые концентрации пестицидов с метрологическими характеристиками (таблица 2) на уровне нормативных требований ( $n=5$ , спайк (добавленный аналит) – 0.05 мг/кг).

**Таблица 2**

**Определение массовой концентрации пестицидов в подсолнечном масле методом ГЖХ/МС**

Пестицид	Спайк, мг/кг	Возврат, %	ОСКО, %	$U_{\alpha}^*$ ( $\alpha=5\%$ )
гексахлорбензол	0.05	14.0	12.6	0.05±0.0012
эпоксиконазол	0.05	113.0	8.0	0.05±0.008
крезоксим -метил	0.05	94.0	21.0	0.05±0.020
металаксил	0.05	113.0	6.2	0.05±0.0006
фамоксадон	0.05	79.0	10.0	0.05±0.001
пропиконазол	0.05	92.0	30.0	0.05±0.0012
тебуконазол	0.05	104.0	10.3	0.05±0.001
трифлостробин	0.05	130.0	10	0.05±0.02
РСВ 138	0.05	15.0	11.5	0.05±0.01
РСВ 18	0.05	34.0	11.6	0.05±0.001
РСВ152	0.05	27.0	7.4	0.05±0.004
алдрин	0.05	30.0	25.0	0.05±0.02
альфа-циперметрин	0.05	86.0	10.0	0.05±0.02
ацетохлор	0.05	94.0	19.5	0.05±0.02
бифентрин	0.05	59.6	10.6	0.05±0.005
боскалид	0.05	82.0	29.0	0.05±0.03
винклозолин	0.05	60.0	10.0	0.005±0.02
галокифоп-метил	0.05	97.0	16.2	0.05±0.016
гептахлор	0.05	40.9	19.0	0.05±0.019
гептахлорэпоксид-транс	0.05	59.0	18.6	0.05±0.018
гептахлорэпоксид-цис	0.05	57.5	23.0	0.05±0.016
альфа-ГХЦГ	0.05	64.5	14.0	0.05±0.014
бета-ГХЦГ	0.05	64.8	12.0	0.05±0.012
гамма-ГХЦГ	0.05	74.5	12.0	0.05±0.012
дельта-ГХЦГ	0.05	71.5	15.0	0.05±0.015
дельтаметрин	0.05	91.2	34.0	0.05±0.034
диметоат	0.05	105.0	13.8	0.05±0.014
диазинон	0.05	94.6	18.0	0.05±0.018

\*  $U_{\alpha}$  – расширенная неопределенность результатов испытаний

Если в качестве инструментального метода при определении комплекса пестицидов в растительном масле используется ВЭЖХ/МС/МС, целесообразно использовать стандартный метод QuEChERS, блок-схема 2.

**Блок-схема 2**

**Анализ пестицидов в растительных маслах методом QuEChERS (ВЭЖХ/МС/МС)**

Экстракция	Очистка dSPE
навеску 10±0.1 г растительного масла поместить в пробирку для центрифугирования	перенести 1 мл верхнего ацетонитрильного слоя в 2 мл пробирку с сорбентами 50 мг PSA + 50 мг С 18 +150 мг MgSO <sub>4</sub>
добавить 10 мл деионизированной воды, добавить 10 мл ацетонитрила, добавить набор солей для экстракции: 4 г±0.2 г MgSO <sub>4</sub> ; 1 г±0.05 г NaCl; 1 г±0.05 г Na <sub>3</sub> Citr·2H <sub>2</sub> O; 0.5 г±0.03 г Na <sub>2</sub> HCitr·1.5H <sub>2</sub> O	встряхивать 1 мин, центрифугирование 7000 об/мин 7 мин.
закрыть, интенсивно встряхивать не менее 3 мин.	перенести 0.7 мл экстракта в вialу для автосамплера.
центрифугирование 7000 об/мин 7 мин.	анализ ВЭЖХ/МС/МС

Метрологические параметры, полученные для реализации аналитической процедуры (блок-схема 2), вполне удовлетворяют требованиям нормативов – таблица 3 (n=5, спайк – 0.01 мг/кг).

**Таблица 3**

**Определение массовой концентрации пестицидов в подсолнечном масле методом ВЭЖХ/МС/МС**

Пестицид	1-st trans	2-st trans	Возврат, %	ОСКО, %	Ua* (α=5%)
азоксистробин	404.1/371.9	404.1/343.9	76	10	0.01±0.0002
карбарил	202.1/144.9	202.1/127.0	119	6	0.01±0.0012
карбендазим	192.1/160.0	192.1/132.0	73	12	0.01±0.0024
хлорпирифос	349.9/96.9	349.9/198.0	35	17	0.01±0.0034
хлорпирифос-метил	321.9/125.1	321.9/289.8	47	11	0.01±0.0022
карбофуран	222.1/165.1	222.1/123.0	119	9	0.01±0.0018
карбоксин	236.1/142.9	236.1/86.9	88	5	0.01±0.0010
ципроконазол	292.1/70.0	292.1/125.1	83	8	0.01±0.0016
диазинон	305.1/169.1	305.1/96.6	66	4	0.01±0.0008
дихлорфос	220.9/127.1	220.9/108.9	87	6	0.01±0.0012
дифенконазол	406.1/250.9	406.1/337.0	98	8	0.01±0.0016
диметоат	230.0/125.0	230.0/198.8	72	7	0.01±0.0014
эпоксиконазол	330.1/121.0	330.1/101.2	94	7	0.01±0.0014
малатион	331.0/127.0	331.0/99.0	50	15	0.01±0.0030
малаоксон	315.0/127.1	315.0/99.2	112	5	0.01±0.0010
метамидифос	142.0/124.9	142.0/93.9	80	5	0.01±0.0010
оксадиксил	279.1/219.2	279.1/133.3	81	12	0.01±0.0024
пиримифос-метил	306.1/164.1	306.1/108.1	67	14	0.01±0.0028
тебуконазол	308.1/70.0	308.1/124.9	95	3	0.01±0.0006
тиаметоксам	292.0/211.0	292.0/181.0	60	9	0.01±0.0018
тиофанат-метил	343.0/151.0	343.0/192.0	107	4	0.01±0.0008

\* Ua – расширенная неопределенность результатов испытаний

Контроль качества методики определения массовой концентрации пестицидов в различных растительных маслах, методы ГЖХ/МС и ВЭЖХ/МС/МС (непрерывная валидация), на протяжении 2014-2016 гг. показал достаточно стабильные результаты, соответствующие критериям валидации, таблица 4.

Таблица 4

**Определение массовой концентрации пестицидов в различных растительных маслах  
методами ВЭЖХ/МС/МС, ГЖХ/МС (непрерывная валидация)**

Пестицид	Спайк, мг/кг	Возврат, %	ОСКО, %	U $\alpha$ * ( $\alpha=5\%$ )
альфа-циперметрин	0.05	91	16	0.05±0.016
бифентрин	0.05	50	14	0.05±0.014
дельтаметрин	0.05	78	10	0.05±0.010
перметрин -транс	0.05	71	10	0.05±0.010
перметрин -цис	0.05	75	15	0.05±0.015
цигалотрин-лямбда	0.05	92	17	0.05±0.017
циперметрин	0.05	86	11	0.05±0.011
азоксистробин	0.05	96	12	0.05±0.0012
боскалид	0.05	80	20	0.05±0.020
винклозолин	0.05	71	20	0.05±0.020
галокифоп-метил	0.05	88	22	0.05±0.022
диметоат	0.05	67	13	0.05±0.011
дифенокназол	0.05	76	18	0.05±0.018
диазином	0.05	102	17	0.05±0.017
карбофос	0.05	118	2	0.05±0.018
металаксил	0.05	95	13	0.05±0.013
паратион-метил	0.05	113	8	0.05±0.008
пиперонил-бутоксид	0.05	68	17	0.05±0.017
пиримифос-метил	0.05	78	9	0.05±0.009
пропиконазол	0.05	70	15	0.05±0.015
тебуконазол	0.05	93	14	0.05±0.014
фамоксадон	0.05	108	13	0.05±0.013
фенитроцион	0.05	82	7	0.05±0.007
фипронил	0.05	74	13	0.05±0.013
флудиоксонил	0.05	93	12	0.05±0.012
хизалофоп-п-этил	0.05	91	14	0.05±0.014
хлорпирифос -этил	0.05	76	17	0.05±0.017
хлорпирифос-метил	0.05	79	18	0.05±0.018
ципроконазол	0.05	72	13	0.05±0.013
эпоксиконазол	0.05	94	18	0.05±0.018
этримфос	0.05	80	12	0.05±0.012
ципродинил	0.05	40	21	0.05±0.021
флутриафол	0.05	91	18	0.05±0.018
крезоксим-метил	0.05	90	17	0.05±0.017
метолахлор	0.05	82	10	0.05±0.010
прометрин	0.05	76	14	0.05±0.014
атразин	0.05	75	20	0.05±0.020
ометоат	0.05	98	11	0.05±0.011
тиофанат-метил	0.05	82	20	0.05±0.020
трифлуксистробин	0.05	120	18	0.05±0.018
метрибузин	0.05	115	12	0.05±0.012
ацетохлор	0.05	116	8	0.05±0.008
гексахлорбензол	0.05	11	21	0.05±0.021
триадиенол	0.05	109	10	0.05±0.010
оксифлуорфен	0.05	115	11	0.05±0.011
тиаметоксам	0.05	110	14	0.05±0.014
клотианидин	0.05	111	20	0.05±0.020
тербутилазин	0.05	68	12	0.05±0.024
процимидон	0.05	84	12	0.05±0.012
дельтаметрин	0.05	78	15	0.05±0.015
карбофуран	0.05	116	13	0.05±0.013
пендиметалин	0.05	71	26	0.05±0.026
линдан	0.05	75	19	0.05±0.019
гептахлор	0.05	52	12	0.05±0.012
p,p'-ДДЕ	0.05	45	11	0.05±0.011
p,p'-ДДД	0.05	48	12	0.05±0.012
p,p'-ДДТ	0.05	45	12	0.05±0.012

\* U $\alpha$  – расширенная неопределенность результатов испытаний

На протяжении 2014-2017 гг методология QuEChERS активно использовалась в рутинных анализах при определении пестицидов в растительных маслах подсолнечника, рапса, сои, семян подсолнечника, рапса, зерна сои, подсолнечного шрота. Результаты выполненных измерений подтверждались ведущими европейскими лабораториями, результаты международных проф-тестов были положительными. Следует отметить, что с помощью представленной аналитической процедуры в пробах одновременно с пестицидами в режиме скрининга определяли остатки полихлорированных бифенилов (ПХБ) и полициклических ароматических углеводородов (ПАУ) методом ГЖХ/МС в случае присутствия концентраций не менее 0,01 мг/кг.

#### **ЛИТЕРАТУРА**

1. **Lehotay S.J.** Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe (QuEChERS) approach for determining pesticide residues (Chapter 6), In: Vidal Martinez J.L., Garrido Frenich A. (Eds.), pesticide analysis in methods in biotechnology. Humana Press. USA, 2004.
2. **Schenck F.J., Hobbs J.E.**, Evaluation of the Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe (QuEChERS) approach to pesticide residue analysis. *Bull. Environ. Contam. Toxicol.*, 2004, 73. P. 24-30.
3. **Fan C.L., Chang Q.Y., Pang G.F., Li Z.Y., Kang J., Pan G.Q., Zheng S.Z., Wang W.W., Yao C.C., Ji X.X.**, High-throughput analytical techniques for determination of residues of 653 multiclass pesticides and chemical pollutants in tea, Part II: comparative study of extraction efficiencies of three sample preparation techniques. *J. AOAC Int.* 2013, 96(2). P. 432-440.
4. **Ferreira I., Fernandes J.O., Cunha S.C.**, Optimization and validation of a method based in a QuEChERS procedure and gas chromatography-mass spectrometry for the determination of multi-mycotoxins in popcorn. *Food Control.* 2012, 27. P. 188-193.
5. **Stubbings G., Bigwood T.**, The development and validation of a multiclass liquid chromatography tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) procedure for the determination of veterinary drug residues in animal tissue using a QuEChERS (QUick, EASY, CHEap, Effective, Rugged and Safe) approach. *Anal. Chim. Acta.* 2009, 637. P. 68-78.
6. **Kao T.H., Chen S., Chen C.J., Huang C.W., Chen B.H.**, Evaluation of analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons by the QuEChERS method and gas chromatography-mass spectrometry and their formation in poultry meat as affected by marinating and frying. *J. Agric. Food Chem.* 2012, 60. P. 1380-1389.
7. **Romero-González R., Plaza-Bolaños P., Limón-Garduza R.I., Martínez-Vidal J.L., Garrido Frenich A.**, QuEChERS approach for the determination of biopesticides in organic and nonorganic vegetables and fruits by ultra-performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry. *J. AOAC Int.* 2014, 97(4). P. 1027-1033.
8. EN 15662:2008 Foods of Plant Origin-Determination of Pesticide Residues Using GC-MS and/or LC-MS/MS Following Acetonitrile Extraction and Partitioning and Cleanup by Dispersive SPE, QuEChERS Method.

*Українська лабораторія якості та безпеки продукції агропромислового комплексу,  
сmt Чабани, Київська обл.*

*Надійшло до редакції  
18.05.2017*