МИНИСТЕРСТВО СЕЛЬСКОГО ХОЗЯЙСТВА СССР
ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ
БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРО-КОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

Справочное издание

Под редакцией
доктора биологических наук М. А. КЛИСЕНКО

МОСКВА «КОЛОС» 1983

gost.e-ecolog.ru

ББК 44
М54
УДК 632.95.028(031)

Члены редколлегии: *Л. Г. Александрова, Д. Б. Гиренко, А. А. Калинина, К. Ф. Новикова, Т. М. Петрова, В. Н. Полякова, В. И. Федотова, Г. А. Хохолькова.*

М 54 **Методы** определения микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде: Справочное издание/М-во сел. хоз-ва СССР. Гос. комис. по хим. средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками; Под ред. М. А. Клисенко. — М.: Колос, 1983. — 304 с., ил.

В справочник включены официально утвержденные Министерством здравоохранения СССР методы определения остаточных количеств хлорорганических, фосфорорганических, *симм*-триазиновых, ртутьорганических и других групп пестицидов, а также биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде. Для специалистов химических лабораторий.

М $\frac{3802020000-133}{035(01)-83}$ **158—83** **ББК 44**
632

© Издательство «Колос», 1983

ПРЕДИСЛОВИЕ

Повышение благосостояния народа всегда находится в центре внимания КПСС. Об этом свидетельствует разработанная в соответствии с решением XXVI съезда партии и одобренная майским (1982 г.) Пленумом ЦК КПСС Продовольственная программа СССР на период до 1990 года. Одной из важнейших задач этой программы является развитие материально-технической базы агропромышленного комплекса, что предусматривает, в частности, расширение производства высокоэффективных средств защиты растений и увеличение их поставки сельскому хозяйству. Более широкое применение химических средств защиты растений позволит получать большую урожайность сельскохозяйственных культур, улучшит качество выращиваемой продукции и условия ее хранения.

Однако если неумело использовать химические средства защиты растений, то остатки пестицидов могут попасть в продукты питания, корма и объекты окружающей среды. Поэтому правильному применению пестицидов в нашей стране, как и вообще охране окружающей среды, уделяется особенно большое внимание. Научно обоснованной программой охраны природы в СССР явились постановления ЦК КПСС и Совета Министров СССР «Об усилении охраны природы и улучшении использования природных ресурсов» (1972 г.) и «О дополнительных мерах по усилению охраны природы и улучшению использования природных ресурсов» (1978 г.), которые директивно обязывают вести контроль за остатками пестицидов в продуктах питания, воде, почве и воздухе. Для предотвращения загрязнения окружающей среды пестицидами введено строгое регламентирование их применения, совершенствуются технология получения и применения пестицидов и препаративные формы их. Одно из обязательных требований, которое позволяет включать пестициды в список препаратов, разрешенных к применению, является разработка методов определения их остатков в продуктах питания, воде, почве и воздухе.

В предлагаемой книге представлены методические указания по определению остаточных количеств пестицидов в различных средах, разработанные специалистами-аналитиками различных министерств и ведомств. В разработке данных указаний принимали участие: Т. Г. Аббасов, В. Д. Агарков, С. Л. Акоронко, Т. В. Алдошина, И. А. Антонова, Ж. А. Арутюнян, Г. У. Аслалян, Э. И. Бабкина, Ю. С. Баранов, Г. А. Бегунов, А. Б. Белова, С. Г. Билуши, Н. П. Бирюков, Ц. И. Бобовникова, З. Н. Богомолова, М. Ф. Болоховец, К. А. Большакова, Г. С. Борисов, А. М. Ботвиньева, Л. И. Бублик, Г. Т. Брюшнина, Н. В. Букина, А. Л. Бурштейн, А. С. Василенко, Л. В. Васильковская, Р. Д. Васягина, Л. В. Воронич, И. В. Воинова, К. А. Гар, С. Г. Геворкян, В. М. Гезиков, Г. Н. Георгиева, Д. Б. Гиренко, И. Н. Гладенко, Н. И. Глембицкий, В. Е. Горбунова, Р. С. Горенштейн, В. А. Давтян, Э. Б. Данилова, Е. Г. Даурова, В. Ф. Демченко, А. В. Дибцева, Т. А. Евстегнеева, В. В. Егоров, В. В. Ермаков, А. В. Жарков, В. Н. Жуленко, А. Ф. Заболотный, И. Ш. Заманская, А. И. Затула, И. З. Зисерман, З. Златьев, А. И. Зорева, Т. И. Зубко, Л. Н. Кавецкая, И. Н. Карпова, У. С. Кашимов, В. И. Кириченко, Н. И. Киселева, М. А. Клисенко, Е. С. Ковалева, А. Ф. Конюхов, В. В. Королев, Ф. И. Копытова, Е. И. Косачева, И. А. Кочеровская, В. И. Кофанов, И. Ш. Кофман, А. Н. Крылова, О. С. Кухтина, В. В. Лещев, Л. И. Лещинская, С. А. Ликунова, А. М. Макеева, О. А. Малинин, И. Н. Матвиенко, И. Л. Меерзон, Ф. Р. Мельцер, Л. Д. Микадзе, Г. В. Миронюк, Н. А. Мовсетян, В. В. Молочников,

А. П. Моргунова, Г. К. Морина, Ю. Ф. Моряков, В. И. Мочалов, В. И. Мурзой, А. А. Непоклонов, И. П. Нестерова, К. Ф. Новикова, Л. В. Новикова, Н. И. Павлова, Ф. И. Патрашку, К. Н. Пашкевич, С. Д. Павлов, Т. М. Петрова, Н. В. Перетолчин, Р. Д. Петухов, М. С. Петросян, А. Л. Перцовский, И. И. Пиленкова, М. В. Письменная, Т. В. Пластинина, Л. Р. Полищук, В. Н. Полякова, Н. Г. Попова, Н. Я. Пестовский, Л. С. Прияутина, Ю. А. Присмотров, Н. В. Птицина, У. Ф. Пулатов, Г. П. Пушкина, Б. А. Рехтер, Л. Д. Рузанкова, Н. И. Ряженов, П. А. Самгин, Э. О. Сахкалян, В. А. Силаев, М. А. Стемпковская, Л. С. Самосват, Л. А. Смирнова, А. А. Сиверина, Л. К. Слепова, Ж. С. Степанян, Н. Г. Степанченко, В. В. Стеценко, Г. А. Таланов, С. М. Тихомиров, Г. А. Трондина, Г. П. Угрюмова, А. Д. Фатьянова, Б. Ф. Филимонов, М. М. Филимонова, Л. А. Хилик, Л. И. Хлюпина, В. Д. Чмиль, Д. И. Чканников, Л. Д. Чудакова, Э. П. Чурпий, Н. И. Шадрин, А. М. Шмигидина, А. И. Шумкова, З. Ф. Юркова.

Методические указания апробированы группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками Министерства сельского хозяйства СССР, одобрены лабораторным советом при Министерстве здравоохранения СССР и утверждены заместителем Главного государственного санитарного врача СССР в качестве официальных.

Методические указания предназначены для контроля за содержанием остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в сельскохозяйственной продукции, пищевых продуктах, кормах, объектах окружающей среды агрохимическими, ветеринарными, контрольно-токсикологическими лабораториями Министерства сельского хозяйства СССР, санитарно-эпидемиологическими станциями и научно-исследовательскими институтами Министерства здравоохранения СССР, лабораториями Госкомгидромета СССР, а также лабораториями научно-исследовательских институтов других министерств и ведомств, занимающихся определением остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
20.12.1976 № 1541—76

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ 2,4-ДИХЛОРФЕНОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ (2,4-Д) В ВОДЕ, ПОЧВЕ, ФУРАЖЕ, ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ *

Краткая характеристика препарата. Эмпирическая формула $C_8H_6O_3Cl_2$, молекулярная масса 221,04. 2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (2,4-Д) — белое кристаллическое вещество, стабильное при хранении. Т. пл. 141°С, т. кип. 160°С при 0,4 мм рт. ст. Константа диссоциации $2{,}3 \cdot 10^{-3}$. Стабильна при хранении в растворах различных органических растворителей и в кристаллическом состоянии. При 20°С 540 мг кислоты растворяется в 1 л воды, 243 г кислоты — в 100 мл эфира, 130 г кислоты — в 100 мл этилового спирта, хорошо растворяется в ацетоне, четыреххлористом углероде и бензоле. Применяется для борьбы с двудольными сорняками в посевах зерновых культур.

Методика определения 2,4-Д в воде, почве, фураже,

---

* Методические указания разработаны В. Д. Чмилем (ВНИИГИНТОКС), Д. И. Чканниковым, Н. Н. Павловой, А. М. Макеевым (ВНИИ дитопатологии).

продуктах питания растительного и животного происхождения. Основные положения. Принцип метода. Метод основан на экстракции 2,4-Д из гидролизованной пробы органическим растворителем с последующим определением в виде метилового эфира 2,4-Д с помощью газожидкостной хроматографии или в виде кислоты методом тонкослойной хроматографии. С помощью предлагаемого метода можно определить 2,4-Д, находящуюся в анализируемой пробе как в свободном, так и в связанном состоянии в виде конъюгатов с эндогенными веществами растений. Количественное определение 2,4-Д проводится методом внутреннего стандарта, который добавляется к пробе перед проведением гидролиза. В качестве внутреннего стандарта используется 2,4,5-трихлорфеноксиуксусная кислота (2,4,5-Т).

Метрологическая характеристика метода. Нижний предел определения газо-жидкостной хроматографией составляет: в воде — 0,002 мг/л, в почве — 0,01 мг/кг, в траве — 0,02, в сене — 0,1, в зерне — 0,02, в молоке — 0,04, в сливочном масле — 0,1, в мясе (говядина) — 0,08 мг/кг. Нижний предел определения методом тонкослойной хроматографии составляет: (в виде 2,4-Д) — в воде — 0,04, в молоке — 0,4 мг/л, в почве — 0,2 мг/кг, в траве — 0,06, в сене — 0,4, в зерне — 0,3, в сливочном масле — 0,8, в мясе (говядина) — 0,6 мг/кг, в виде метилового эфира 2,4-Д — в воде — 0,01, в молоке — 0,1 мг/л, в почве — 0,05 мг/кг, в траве — 0,08, в сене — 0,1, в зерне — 0,08, в сливочном масле — 0,2, в мясе (говядина) — 0,15 мг/кг. Степень определения методом тонкослойной хроматографии составляет, %: в воде — 90—95, в почве — 70—80, в траве — 60, в сене — 60, в молоке — 80, в сливочном масле — 70, в мясе — 75, в зерне — 60.

Минимально детектируемое количество метилового эфира 2,4-Д с помощью детектора постоянной скорости рекомбинации 2 нг, линейный динамический диапазон детектирования не менее 70 нг. Минимально открываемое количество 2,4-Д на тонкослойных хроматограммах 1 мкг.

Реактивы и растворы. Азот особой чистоты. Азотнокислое серебро х. ч. Аммиак, 25%-ный водный раствор. Ацетон х. ч. Бикарбонат натрия, 3%-ный водный раствор. Гексан х. ч. (перегнанный). Диметилсульфат, 5%-ный (в объемных процентах) раствор в абсолютном метиловом спирте. Диэтиловый эфир (перегнанный). Кальций сернокислый х. ч., прокаленный при 160°С в течение 6 ч. Метиловый спирт абсолютный. Муравьиная кислота х. ч. Насыщенный водный раствор хлористого натрия. Петролейный эфир (т. кип. 40—60°С). Проявляющий реактив: в мерную колбу на 100 мл помещают 0,5 г азотнокислого серебра, 5 мл дистиллированной воды, 7 мл аммиака (25%-ный водный раствор) и доводят до метки ацетоном. Силикагель КСК. Соляная кислота х. ч., концентрированная. Соляная кислота, 6 н. водный раствор. Соляная кислота, 2 н. водный раствор. Соляная кислота, водный раствор (1 : 1). Стандартный раствор 2,4-Д в метаноле с содержанием 100 мкг/мл. Стандартный раствор 2,4,5-Т в метаноле с содержанием 2,5 мкг/мл. Стандартный раствор метиловых эфиров 2,4-Д (10 мкг/мл) и 2,4,5-Т (2,5 мкг/мл) в метаноле.

Стандартный раствор метилового эфира 2,4-Д в гексане с концентрацией 100 мкг/мл. Сульфат натрия безводный, х. ч. Фосфорно-вольфрамовая кислота х. ч., 40%-ный водный раствор. Хлористый натрий х. ч. Эфирный раствор диазометана.

Приборы и посуда. Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов («Цвет-5», «Цвет-106» и т. п.). Гомогенизатор (измельчитель тканей). Колбы двугорлые, круглодонные на 500 и 250 мл. Делительная воронка на 500 мл. Колба Бунзена на 500 мл. Воронка Бюхнера диаметром 15 см. Грушевидные колбы на 100 мл. Ротационный испаритель ИР-1. Источник ультрафиолетового света. Водяная баня. Центрифужные пробирки. Контактный термометр на 100°С. Мерные колбы на 5, 10 и 100 мл. Вакуумный водоструйный насос. Холодильник Либиха. Камера хроматографическая. Микропипетки. Медицинский шприц на 1 мл. Стеклянные пластинки размером 9×12 см. Сито капроновое 100 меш. Пульверизатор стеклянный.

Подготовка к определению связана с получением диазометана из нитрозометилмочевины. Для этого во взвешенную литровую круглодонную колбу помещают 200 г 24%-ного водного раствора метиламина (метиламин используется либо в виде водного раствора, либо в виде хлоргидрата) и добавляют при

охлаждении 155 мл концентрированной соляной кислоты до кислой реакции (индикатор метилрот). Затем приливают такое количество воды, чтобы масса содержимого колбы достигла 500 г, и прибавляют 300 г мочевины. После этого содержимое колбы осторожно кипятят с обратным холодильником 2 ч 45 мин и энергично 15 мин. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, растворяют в нем 110 г 95%-ного азотнокислого натрия и охлаждают до 0°С. В трехлитровом стакане готовят смесь 600 г льда и 100 г концентрированной серной кислоты, охлаждают содержимое стакана смесью льда и соли. В этот стакан при перемешивании приливают содержимое колбы (холодный раствор метилмочевины и нитрата натрия) с такой скоростью, чтобы температура не поднималась выше 0°С. Получение нитрозометилмочевины проходит по следующим реакциям:

$$CH_3NH_2 \cdot HCl + H_2N—CO—NH_2 \rightarrow CH_3—NH—CO—NH_2 + NH_4Cl;$$

$$CH_3—NH—CO—NH_2 + HNO_2 \rightarrow CH_3—N(NO)—CO—NH_2 + H_2O.$$

Нитрозометилмочевина всплывает на поверхность в виде мелких кристаллов, которые немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера и хорошо отсасывают под вакуумом. Затем кристаллы на фильтре размешивают до образования пасты с 50 мл холодной дистиллированной воды, отсасывают и сушат в вакуум-эксикаторе. Выход нитрозометилмочевины 66—72% (105—115 г) от теоретического. Полученную таким образом нитрозометилмочевину можно хранить в холодильнике длительное время. При температуре выше 20°С ее не следует хранить более 1 ч. При температуре 30°С нитрозометилмочевина может разложиться с выделением газообразных продуктов.

Получение диазометана из нитрозометилмочевины проходит по следующей реакции:

$$CH_3N(NO)—CO—NH_2 + KOH \rightarrow CH_2N_2 + KCNO + 2H_2O.$$

В круглодонную колбу на 100 мл помещают 3 мл 50%-ного водного раствора едкого кали и 10 мл диэтилового эфира. Смесь охлаждают до 5°С, после чего при взбалтывании прибавляют 1 г нитрозометилмочевины, колбу присоединяют к холодильнику, нижний конец которого снабжен алонжем с отводом, проходящим через резиновую пробку и погруженным в слой эфира на дне приемника. Приемник охлаждают смесью льда и соли.

Реакционную колбу помещают на водяную баню, нагретую до 50°С. Эфирный раствор в колбе доводят до кипения. Время от времени содержимое колбы перемешивают. Отгонку прекращают после получения первых капель бесцветного дистиллята.

Ход анализа при газо-жидкостной хроматографии. Экстракция и очистка экстракта из воды. Пробу воды 250—1000 мл помещают в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3, прибавляют 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/мл и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (100, 50 и 50 мл). Объединенный эфирный экстракт переносят в делительную воронку и экстрагируют 3%-ным водным раствором бикарбоната натрия (или 5%-ным водным раствором гидроортофосфата натрия) (трижды по 50 мл). Объединенный водный раствор промывают двумя порциями петролейного эфира (или гексана) по 50 мл, отбрасывают этот эфир (гексан), а водный раствор подкисляют соляной кислотой до pH 3 и трижды экстрагируют диэтиловым эфиром по 50 мл. Объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия (5—10 г) в течение 15—30 мин при периодическом встряхивании и удаляют растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 мл, причем последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха. Сухой остаток в колбе метилируют, используя диметилсульфат или диазометан.

Метилирование диметилсульфатом. К сухому остатку в колбе приливают 3 мл 5%-ного раствора диметилсульфата в абсолютном метиловом спирте, тщательно ополаскивают стенки колбы, прибавляют 1 г безводного сульфата натрия, присоединяют обратный холодильник и помещают на водяную баню с температурой 55°С на 10 мин. После окончания реакции метилирования содержи-

мое колбы охлаждают под водопроводной водой, приливают 3 мл насыщенного раствора хлористого натрия, 1 мл гексана, энергично встряхивают в течение двух минут и после расслоения фаз вводят в хроматограф 3 мкл гексанового слоя.

Метилирование диазометаном. К сухому остатку в колбе приливают эфирный раствор диазометана до появления желтоватой окраски (при этом встряхивают содержимое колбы) и оставляют на 10 мин. Затем диэтиловый эфир удаляют током сухого воздуха, а остаток растворяют в 0,5—1,0 мл гексана и вводят в хроматограф 1—5 мкл раствора.

Хроматографирование. Условия хроматографирования следующие. Хроматограф «Цвет-106». Стеклянная спиральная колонка (длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм), заполненная хроматоном-N (0,16—0,20 мм), силанизированным DMCS, с 5% SE-30. Скорость газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 мл/мин, скорость продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор 150 мл/мин. Температура термостата колонок 170°С, испарителя 220°С, термостата детектора 220°С. Шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А. Скорость диаграммной ленты потенциометра 240 мм/ч. Относительное время удерживания метилового эфира 2,4-Д в этих условиях 0,57. Абсолютное время удерживания 4 мин 10 с.

Хроматографирование одной пробы проводят дважды. Измеряют на хроматограммах высоты пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т, вычисляют средние значения отношений этих высот из параллельных определений и по уравнению градуировочного графика находят содержание 2,4-Д в воде. Для построения градуировочного графика к пробам воды приливают 5, 10, 15 и 20 мкг 2,4-Д (в виде раствора в метиловом спирте), 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл и далее поступают так, как это описано выше. Измеряют на хроматограммах высоты пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т, вычисляют среднее значение отношения этих высот из параллельных определений, строят график зависимости отношения высот хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т от содержания 2,4-Д в воде (мг/л). Полученный градуировочный график обрабатывают по методу наименьших квадратов и получают уравнение градуировочной прямой в виде

$$Y = A + BX,$$

где Y — отношение высот хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т; X — содержание 2,4-Д в воде, мг/л; A и B — коэффициенты, которые получают при обработке градуировочного графика по методу наименьших квадратов.

Чтобы повысить надежность идентификации 2,4-Д, для анализа проб целесообразно использовать колонки с неподвижными фазами различной полярности (например, SE-30 и XE-60, SE-30 и OV-17). Условия хроматографирования при использовании фенилметилсиликона OV-17 следующие: стеклянная спиральная колонка (длина 2 м, внутренний диаметр 3 мм), заполненная хроматоном-N (0,16—0,20 мм), силанизированным DMCS, с 5% OV-17. Скорость тока газа-носителя (азот особой чистоты) через колонку 50 мл/мин, скорость тока продувочного газа (азот особой чистоты) через детектор 150 мл/мин. Температура испарителя 220°С, термостата колонок 200°С, термостата детектора 220°С. Шкала электрометра $20 \cdot 10^{-12}$ А. Скорость движения диаграммной ленты потенциометра 240 мм/ч. Относительное время удерживания метилового эфира 2,4-Д в этих условиях 0,63. Абсолютное время удерживания 6 мин 48 с.

Экстракция и очистка экстракта из травы, сена, зерна. Навеску травы 50 г гомогенизируют в 150 мл дистиллированной воды, гомогенат количественно переносят в круглодонную колбу на 1 л и приливают 38 мл концентрированной соляной кислоты. Навеску измельченного зерна (50 г) соломы или сена (по 10 г) помещают в круглодонную колбу на 1 л и приливают 150 мл 2 н. водного раствора соляной кислоты. К подготовленным образцам добавляют по 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/мл, перемешивают, к колбе присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч.

После охлаждения гидролизат фильтруют через бумажный фильтр на воронке Бюхнера, промывают осадок на фильтре без перемешивания тремя порциями

по 30 мл 2 н. водного раствора соляной кислоты. К фильтрату добавляют 40%-ный водный раствор фосфорно-вольфрамовой кислоты до 2%-ной концентрации и фильтруют через бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Осадок на фильтре трижды промывают 2 н. водным раствором соляной кислоты порциями по 30 мл. Объединенный фильтрат переносят в делительную воронку и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (общий объем эфира равен объему фильтрата). Эфирный экстракт промывают небольшими количествами (15—20 мл) дистиллированной воды до нейтральной реакции промывных вод и затем экстрагируют тремя порциями (по 50 мл) 5%-ного водного раствора гидроортофосфата натрия (или раствора бикарбоната натрия).

Водные экстракты объединяют, подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH 1 и экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (75+50+ +50 мл). Объединенный эфирный экстракт после промывания небольшими (15—20 мл) порциями дистиллированной воды до нейтральной реакции промывных вод сушат над безводным сульфатом натрия (5—10 г) в течение 15—30 мин при периодическом встряхивании и растворитель удаляют на роторном испарителе в грушевидной колбе на 100 мл, последние порции растворителя удаляют током сухого воздуха.

Сухой остаток растворяют в 0,5 мл ацетона и раствор наносят в виде полосы на стеклянную пластинку (5×20 см) с тонким слоем (0,4 мм) силикагеля КСК и дважды хроматографируют в системе растворителей петролейный эфир (или гексан) — диэтиловый эфир — муравьиная кислота (50: 50 : 2). Затем снимают силикагель с пластинки площадью 1 см² с Rf 2,4-Д 0,5—0,6 и количественно переносят в коническую колбу с притертой пробкой на 50 мл. Смачивают силикагель в колбе 1 мл дистиллированной воды, приливают 4—5 мм ацетона, встряхивают 1—2 мин и фильтруют через бумажный фильтр. Обработку силикагеля ацетоном проводят еще трижды. Объединенный ацетоновый экстракт сушат над безводным сульфатом натрия, удаляют растворитель на роторном испарителе, затем проводят метилирование образца и газохроматографическое определение 2,4-Д так, как это описано выше.

Для построения калибровочного графика в пробы травы, зерна, сена или соломы вносят 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте, 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл и далее поступают так, как это описано выше.

Экстракция и очистка экстракта из сухой почвы. Пробу сухой почвы 100 г, растертой и просеянной через сито с отверстиями размером 1 мм, помещают в коническую колбу на 500 мл с пришлифованной пробкой, приливают 25—35 мл дистиллированной воды, 5 мл концентрированной соляной кислоты, 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл, тщательно перемешивают, прибавляют 150 мл ацетона и помещают на аппарат для встряхивания на 1 ч. Затем растворитель отфильтровывают под вакуумом на воронке Бюхнера через бумажный фильтр, почву на фильтре трижды промывают ацетоном по 20 мл. После этого ацетон удаляют на роторном испарителе, остаток из колбы переносят 100 мл дистиллированной воды в делительную воронку, экстрагируют тремя порциями диэтилового эфира (75, 50 и 50 мл) и далее поступают так, как это описано при определении 2,4-Д в воде.

Для построения градуировочного графика в пробы почвы вносят 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте, 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл и далее поступают, как описано выше.

Экстракция и очистка экстракта из влажной почвы. Пробу влажной почвы 100—200 г помещают в коническую колбу на 500 мл с притертой пробкой, приливают 5—10 мл концентрированной соляной кислоты, 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл, 150—300 мл ацетона, тщательно перемешивают, помещают на аппарат для встряхивания на 1 ч и далее поступают так, как описано выше.

Экстракция и очистка экстракта из молока. В пробу молока 25—50 мл вносят 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/мл, прибавляют концентрированную соляную кислоту 4,4—8,8 мл, помещают в круглодонную колбу на 250 мл, присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч для гидролиза. После охлаждения в колбу приливают 15 мл 40%-ного водного раствора фосфорно-вольфрамовой

кислоты, тщательно встряхивают, затем добавляют 100 мл дистиллированной воды и содержимое фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре промывают 2 н. водным раствором соляной кислоты, фильтрат экстрагируют диэтиловым эфиром трижды по 50 мл и далее поступают так, как это описано выше.

Для построения градуировочного графика в пробы молока (25—50 мл) вносят 2, 5, 10 и 20 мкг 2,4-Д (в виде раствора в метиловом спирте), 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл, концентрированную соляную кислоту 4,4—8,8 мл и далее поступают так, как описано выше.

Экстракция и очистка экстракта из сливочного масла. Пробу масла 25 г растворяют в 100 мл гексана, вносят 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл, помещают в двугорлую круглодонную колбу на 500 мл, приливают 100 мл 6 н. соляной кислоты, присоединяют обратный холодильник и помещают на кипящую водяную баню на 1 ч, перемешивая содержимое колбы с помощью электромешалки. После охлаждения содержимого колбы слои разделяют в делительной воронке и водный слой экстрагируют диэтиловым эфиром 2 раза по 50 мл Гексановый слой экстрагируют 100 мл 6 н. соляной кислоты. Затем водный слой экстрагируют диэтиловым эфиром дважды по 50 мл и данный экстракт объединяют с первоначальным эфирным экстрактом. После этого из объединенного эфирного экстракта 2,4-Д извлекают 0,4 н. водным раствором бикарбоната натрия и далее поступают так, как описано при определении гербицида в молоке

Для построения градуировочного графика в пробы масла 25 г, растворенные в 100 мл гексана, вносят 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/мл, 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте. Далее поступают так, как это описано выше.

Экстракция и очистка экстракта из мяса. Пробу мяса 25—50 г измельчают с помощью мясорубки, помещают в двугорлую круглодонную колбу на 500 мл, вносят 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с концентрацией 2,5 мкг/мл, приливают 100—200 мл 6 н. соляной кислоты, присоединяют обратный холодильник и помещают на водяную баню (с температурой 100°С) на 1 ч, перемешивая содержимое колбы с помощью электромешалки. После охлаждения в колбу приливают 15 мл 40%-ного водного раствора фосфорно-вольфрамовой кислоты, 100 мл дистиллированной воды и содержимое колбы фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера. Остаток на фильтре промывают 2 н. водным раствором соляной кислоты, фильтрат экстрагируют диэтиловым эфиром трижды по 50 мл и далее поступают так, как это описано выше.

Для построения градуировочного графика в пробы мяса вносят 1 мл стандартного раствора 2,4,5-Т с содержанием 2,5 мкг/мл, 10, 15, 20 и 25 мкг 2,4-Д в виде раствора в метиловом спирте и далее поступают так, как это описано выше.

Ход анализа при тонкослойной хроматографии. Экстракция и очистка экстрактов. При количественном определении содержания 2,4-Д методом тонкослойной хроматографии подготовку образца и очистку экстракта проводят таким же образом, как при анализе гербицида газо-хроматографическим методом, за исключением того, что 2,4,5-Т в пробы не вносят.

Полученный после очистки объединенный эфирный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и упаривают растворитель на ротационном испарителе в грушевидной колбе на 100 мл до небольшого объема (1—2 мл).

Хроматографирование. Упаренный экстракт с помощью капилляра или медицинского шприца на 1 мл количественно наносят на хроматографическую пластинку (9×12 см) с тонким слоем силикагеля КСК, закрепленного гипсом. Затем на хроматографическую пластинку наносят 2,5 и 10 мкг 2,4-Д в виде раствора ацетона и проводят хроматографирование в системе растворителей петролейный эфир (или гексан) — диэтиловый эфир — муравьиная кислота (50 : 50 : 2). После окончания процесса хроматографирования пластинку извлекают из хроматографической камеры и сушат на воздухе в вытяжном шкафу. Для обнаружения зоны локализации 2,4-Д пластинку обрабатывают раствором азотнокислого серебра в смеси с дистиллированной водой, аммиаком и ацетоном, сушат и облучают ультрафиолетовым светом в течение 10—15 мин. Если в пробе есть 2,4-Д, то на пластинке появляется серо-черное пятно на белом

фоне с величиной *Rf* 0,5. Количественное определение 2,4-Д проводят путем визуального сравнения размера и интенсивности окраски пятен стандарта с пятном пробы. Минимально детектируемое количество 2,4-Д на хроматографической пластинке 1 мкг.

Перед проведением серийных анализов необходимо определить открываемость метода, т. е. процент возврата 2,4-Д из контрольных проб, к которым предварительно были добавлены различные количества гербицида.

Для повышения надежности идентификации 2,4-Д, особенно при анализе проб с неизвестными обстоятельствами загрязнения, целесообразно после проведения газо-хроматографического определения содержания гербицида оставшуюся часть пробы анализировать с помощью тонкослойной хроматографии. Для этого гексановый экстракт наносят на хроматографическую пластинку (9×12 см) с тонким слоем силикагеля КСК, рядом наносят 2—10 мкг метилового раствора 2,4-Д в виде раствора в гексане и хроматографируют в системе растворителей гептан — ацетон (9 : 3). Далее поступают так, как это описано выше. Величина *Rf* метилового эфира 2,4-Д 0,46—0,47.

Сочетание величины времени удерживания и величины *Rf* метилового эфира 2,4-Д в сравнении с этими же показателями, полученными для стандартного соединения, позволяет более надежно проводить определение остаточных количеств 2,4-Д в анализируемых образцах.

Обработка результатов анализа. Газо-жидкостная хроматография. Для определения содержания 2,4-Д в пробах (X, мг/л или мг/кг) методом газо-жидкостной хроматографии используют следующую формулу:

$$X = \frac{Y - A}{B},$$

где Y — отношение высот хроматографических пиков метиловых эфиров 2,4-Д и 2,4,5-Т; A и B — коэффициенты, которые получают при обработке градуировочных графиков по методу наименьших квадратов.

Тонкослойная хроматография. Для определения содержания 2,4-Д в пробе (X, мг/л или мг/кг) методом тонкослойной хроматографии применяют следующую формулу:

$$X = \frac{A}{P},$$

где A — количество 2,4-Д в пробе, найденное сравнением со стандартом, мкг; P — объем или масса пробы, мл или г.

Для определения содержания в пробе натриевой, диметилдиэтил- или триэтаноламинных солей 2,4-Д полученный результат необходимо соответственно умножить на 1,1; 1,46 и 1,67.

Отбор проб растительного материала на корню

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб*	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
		Зерновые			
100 га	Злаковые на корню	Методы ОШ, 0,5 кг в точке	3 кг	Зерно отделить, измельчить, тщательно перемешать и выделить средний образец	0,25—0,50
		Семена кормовых культур на корню			
100 га	Кукуруза	Методом СС, не менее 18 растений	Початки из 18 растений	Зерно отделить, измельчить и отвесить средний образец	0,25—0,50
50 га	Боб кормовой	Методом ПД	1000 бобов	То же	0,5—1,0
		Промышленные культуры			
50 га/30 т	Рапс, сурепица, горчица	Метод СС, 0,5 кг в точке	3 кг	Семена вышелушить, измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,25
50 га/30 т	Мак масличный	Метод СС, 0,5 кг в точке	3 кг	То же	0,25
50 га/30 т	Подсолнечник	Метод СС, по 5 корзинок в точке	20—30 корзинок	» »	0,25
20 га/30 т	Лен	Метод СС	1 кг коробочек	» »	0,25
20 га/30 т 100 га	Хмель	Метод ПД, взять несколько шишек	0,30 кг шишек	Шишки измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,25

* В приложениях приняты следующие обозначения методов отбора проб: ПД — по диагонали; СС — по смежным сторонам поля; К — метод конверта; ПР — пробоотборником; ПУ — продуктов в упаковке; ОШ — отбор штук.

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
20 га	Табак	Метод СС, по 4 листка в точке	Около 20 (1 кг) листьев	Листья измельчить, перемешать и взять средний образец	0,25
		Зеленые корма			
100 га/100 т	Мелкосеменные, мотыльковые, стручковые, зерновые травы и другие растения, входящие в состав смесей	Метод ПД, срезать целые растения (10—15 штук через равные промежутки)	5 кг	Общую пробу измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5—1,0
100 га/100 т	Кукуруза, подсолнечник, кормовая капуста	Метод СС, срезать по 3 растения в каждой точке	3 кг	Весь собранный материал измельчить, перемешать и выделить $^1/_4$ часть, которую снова измельчить, тщательно перемешать и выделить средний образец	0,5—1,0
		Корнеклубнеплоды			
50 га/100 т	Сахарная свекла	Метод ПД, не менее 15 целых растений	Не менее 15 растений, не менее 10 кг	Отделить листья от корней. Листья считать отдельной пробой. Корни вымыть, обсушить, почетвертовать. От каждого взять $^1/_4$ часть; четвертинки измельчить, перемешать и отвесить средний образец. Листья	Листья —0,5

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
				измельчить, перемешать и выделить средний образец	
50 га/100 т	Кормовая свекла, брюква	Метод ПД, не менее 15 целых растений	Не менее 15 корней, не менее 3 кг	Корни вымыть, обсушить, почетвертовать. От каждого взять $^1/_4$ часть, четвертинки измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
50 га/100 т	Картофель	Метод ПД, с 15 точек взять около 50 гнезд выборочно	Не менее 3 кг	Клубни вымыть, обсушить, с каждого взять половину или четверть, измельчить и отвесить средний образец	0,5
		Овощные культуры			
2—5 га	Овощные корнеплоды (морковь, петрушка, сельдерей, столовая свекла, редис, редька и др.)	Метод ПД, корни, а для овощей, используемых в ранний период развития (петрушка, столовая свекла), целые растения	Крупные — 3 кг, мелкие — 1 кг, ранние —0,25—0,5 кг	Отбросить несъедобные части растений, остатки материала вымыть, обсушить, крупные овощи почетвертовать и отбросить $^3/_4$. Пробу измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5—0,25
		Капустные овощные культуры			
20 га	Капуста белая, красная, савойская	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 4 кг	4 кг	С каждого кочана взять $^1/_4$ часть. Перед измельчением четвертинок	0,5

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
				срезать и отбросить поверхность предыдущего среза, отбросить несъедобные листья, измельчить и выделить средний образец	
5—10 га	Капуста цветная	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 2 кг	2 кг	Отбросить несъедобные части, остальное измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,25
5 га	Капуста кольраби	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 0,5 кг	0,75 кг	Отбросить несъедобные части, остальное измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
5 га	Капуста брюссельская	Метод ПД, учитывая головки, растущие на разной высоте и разных частях растения, не менее 10 растений	Не менее 1 кг	Измельчить, перемешать, выделить средний образец	0,25
5 га	*Лиственные овощи* (салат, шпинат, щавель)	Метод ПД, не менее 10 растений	Салат — 0,5 кг Щавель — 0,25 кг	Отбросить несъедобные части, растение вымыть, обчистить, измельчить и выделить средний образец	0,25
5 га	Укроп	Метод ПД, только листья	0,25 кг	Отбросить непригодные части, измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,25

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
5 га	Молодой укроп, укроп для посолки огурцов	Метод ПД, целые растения	0,5 кг	Измельчить целые растения, перемешать и отвесить средний образец	0,25
		Луковичные растения			
10 га	Лук, чеснок, лук-порей	Метод ПД, в полной зрелости	Лук, лук-порей — 1 кг, чеснок — 0,5 кг	Отбросить несъедобные части, растения измельчить, перемешать и отвесить средний образец. Для лука и лука-порея с каждой штуки взять половину	0,25
5 га	Лук-резанец, лук-батун, лук-порей в ранней стадии развития	Метод ПД, целые растения	Лук, лук-порей — 0,5—1 кг, лук-резанец, лук-батун — 0,25 кг	То же	0,25
5 га	Бобовые овощи (фасоль, горох, боб)	То же	0,5—1 кг бобов	Семена выделить, измельчить и выделить средний образец	0,5
50 га	Фасоль «зеленый боб»	» »	0,5 кг	Целые бобы измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
20 га/30 т	Помидоры, перец	» »	Мелкие овощи — 0,5—2 кг, крупные овощи — 2 кг	Овощи вымыть, измельчить и выделить средний образец	0,5

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца
20 га/500 т	Огурец и бахчевые	То же	10 овощей, из крупных бахчевых взять вырезки — масса пробы 0,5 — 3 кг	Овощи вымыть, измельчить и выделить средний образец. Из крупных бахчевых взять вырезки	0,5
5 га	Спаржа	» »	0,5 кг	Растения вымыть, измельчить и выделить средний образец	0,25—0,5
5 га	Ревень	Метод ПД, выборочно листья	2 кг (без листовых пластинок)	После удаления листовых пластинок растения вымыть, высушить и выделить средний образец	0,5
		Грибы			
—	Шампиньоны и другие грибы	Метод К, руководствуясь правилами сбора грибов	Не менее 0,5 кг	Грибы измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
		Фрукты			
200 га/500 т	Семечковые фрукты	До 30 деревьев — выборочно, свыше 30 деревьев —метод ПД, в зависимости от площади, с 20—30 деревьев. Фрукты следует снимать с разных сторон дерева, с разной высоты и глубины кроны	До 30 деревьев — 5 кг, до 1 га — 7 кг, 1—10 га — 10 кг, 10—30 га— 12 кг, свыше 30 га — 15 кг	Фрукты почетвертовать, от каждого плода взять $^1/_4$ часть, четвертинки измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5

Продолжение

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
До 200 га/200 т	Косточковые фрукты (персики, абрикосы, сливы)	До 30 деревьев — выборочно, свыше 30 деревьев — метод ПД с 15—20 деревьев	До 30 деревьев 4 кг, до 1 га — 6 кг, свыше 1 га — 8 кг	Плоды поделить пополам, от каждого взять половину без косточки, измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
До 200 га/100 т	Вишни, черешни, сливы	То же	До 30 деревьев — 1,5 кг, до 1 га — 2 кг, свыше 1 га — 2,5 кг	Косточки удалить, плоды измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
	Орехи (грецкие, лещина)	» »	До 30 растений 1 кг, свыше 30— 1,5 кг	Из орехов вынуть ядра, измельчить их, перемешать и отвесить средний образец	0,25—0,5
10 га	Ягоды (смородина, крыжовник*)	До 30 кустов пробу взять с каждого куста с разной его стороны и глубины, свыше 30 кустов—метод СС с 25—35 кустов	До 30 кустов — не менее 1 кг*, свыше 30 кустов — не менее 1,5 кг	Из тщательно перемешанного исходного образца взять половину, измельчить ее, перемешать и отвесить средний образец	0,5
До 200 га	Виноград	Метод СС, боковые части кистей	1,5 кг	Взять отделенные от основания боковые части кистей, тщательно перемешать исходный образец и взять половину, измельчить ее, перемешать и отвесить средний образец	0,5
До 1 га	Мягкие фрукты (клубника, земляника, малина)	Метод ПД	До 500 м²—1,5 кг, 500 м²—0,25 га—2,5 кг, свыше 0,25 га—2,5 кг	Тщательно перемешать исходный образец, взять половину, измельчить ее, перемешать и отвесить средний образец	0,5

* Для крыжовника с крупными плодами проба должна быть не менее 1,5 кг.

Приложение 2

Отбор проб мяса и внутренних органов убойных животных и проб рыбы

Материал	Способ отбора	Величина средней пробы или исходного образца	Проба	Величина среднего образца, кг
Рогатый скот и свиньи	Выборочно от 3 животных при партии 100 голов, от 5 животных при партии 100—200 голов, от 7 животных при партии 200—500 голов, от 10 животных при партии более 500 голов. Берут пробы жира, мышц, внутренних органов	От каждой туши по 0,2—0,5 кг	Каждый исходный образец составляет исходную пробу	0,2—0,5
Овцы	То же	От каждой туши по 0,1—0,2 кг	То же	0,2—0,5
Домашние птицы	» »	От каждой тушки по 50 г	» »	0 ,1—0,3
Дичь	» »	С оленей 200 г, с кабанов и косуль 100 г, с зайцев 20 г, с пернатых 5 г	» »	0,1—0,3

Продолжение

Материал	Способ отбора	Величина средней пробы или исходного образца	Проба	Величина среднего образца, кг
Яйца	В хозяйстве в ареале отбора проб берется по 10 и 20 яиц с определенных пунктов скупа. На птицефабриках — по 5 яиц из каждой партии	20 яиц	Каждый исходный образец составляет средний образец	20 яиц
Молоко	Со сливного пункта 500 мл. От коров в определенном хозяйстве по 100 мл молока	500 мл	То же	0,5
Рыба	При массе рыбы менее 0,1 кг берут пробу от нескольких рыб массой 0,5 кг, перемешивают и отбирают среднюю пробу. При массе рыбой 0,1—1 кг отбирают целые экземпляры. При массе 1—2 кг берут одну продольную часть половины рыбы. При массе свыше 2 кг вырезают образец со средней части рыбы 100—200 г	0,5 кг	Среднюю пробу принимают за средний образец	0,5
Икра	От одной партии берут три образца по 100 г с каждой бочки (ящика)	0,1 кг	То же	0,1

Отбор проб материалов со складов, баз, хранилищ, транспортных средств

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
		Зерно, жмыхи, шрот			
100 т	Зерно, жмыхи и шрот из плоских хранилищ	В каждом сегменте поверхности около 100 м² брать пробу методом К с трех слоев	10 кг	Зерно измельчить, тщательно перемешать и выделить средний образец	1,0
100 т	Зерно, жмыхи и шрот из средств транспорта	С каждого транспортного средства отдельно брать пробу методом К с трех слоев, с четырехосных вагонов — методом К × 2, с барок — К×3	10 кг	То же	1,0
100 т	Зерно, жмыхи и шрот из закромов, трюмов судов и цистерн	Из стольких отверстий, сколько имеется в данной таре, с трех слоев или методом ПР во время перегрузки	10 кг	» »	1,0
100 т	Зерно, жмыхи и шрот в мешках	Методом ПР с разных мест отдельных мешков	7 кг	» »	0,5—1,0
100 т	Зерно, жмыхи и шрот во время перегрузки	Методом ПР из струи в равных интервалах	7 кг	» »	0,5—1,0
100 т	Силос, свекловичный жом, пульпа, отвары	Метод ПР при удалении верхнего слоя на глубине 30 см	2 л	Перемешать и выделить средний образец	0,25

Продолжение

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
		Материал в кусках (картофель, свекла и т. д.)			
100 т	В хранилищах	Метод ПР, с верхнего, среднего и нижнего слоев	7 кг	Материал почетвертовать, взять $^1/_4$ часть, перемешать, измельчить и выделить средний образец	0,5—1,0
Одно средство транспорта	В средствах транспорта	Метод ПР, с верхнего, среднего и нижнего слоев	3 кг	То же	0,5—1,0
		Соломоподобный материал			
До 100 т	Непрессованный	Метод ПР, на расстоянии 50 см от верха и низа из 20 мест	2 кг	Измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,1—0,2
До 100 т	Прессованный	Метод ПР, из тюков после снятия с них проволоки. Брать горстью с трех разных мест, стараясь не ломать растений	2 кг	То же	0,1—0,2
	Фрукты и овощи свежие	Метод ОШ, из различных упаковок, ящиков и т. д. из разных слоев	Из упаковок	Как в приложении 1, овощные культуры и фрукты	0,5—0,25
	Яблоки, груши, персики, айва	То же	10 кг (не менее 100 шт.)	Как в приложении 1, семечковые фрукты	0,5
	Абрикосы, сливы	» »	4 кг (не менее 100 шт.)	Как в приложении 1, вишни, черешни, сливы	0,5—0,25
	Черешня, вишня, виноград, земляника	» »	4 кг	Как в приложении 1, вишни, черешни, сливы, виноград	0,5—0,25

Продолжение

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
	Крыжовник, смородина, малина	Метод ОШ, из различных упаковок, ящиков и т. д. из разных слоев	3 кг	Как в приложении 1, ягоды	0,5—0,25
	Садовая земляника и другие лесные ягоды	То же	2 кг	Как в приложении 1, мягкие фрукты	0,5—0,25
	Огурцы, капуста кольраби, корнеплоды, перец, редис, помидоры	» »	3 кг	Как в приложении 1, помидоры, перец, огурец и бахчевые	0,5
	Капуста белокочанная, краснокочанная, цветная, салат	» »	10 кочанов	Как в приложении 1, капустные и лиственные овощи	0,5
	Молодая кукуруза	» »	10 початков	Как в приложении 1, кукуруза	0,25—0,5
	Овощи в пучках	» »	10 пучков	Как в приложении 1, овощные культуры	
	Бахчевые	» »	5 штук	—	
	Другие овощи	» »	1 кг	Как в приложении 1, овощные культуры	0,25—0,5
			Овощи и фрукты сушеные		
600 упаковок	Овощи и фрукты в виде кусочков	Метод ПР, с трех слоев	1—3 кг	Кусочки или брикеты измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
	Овощи и фрукты в виде порошка и сушеной зелени		0,6 кг	То же	0,25

Продолжение

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
	Овощи и фрукты в брикетированном виде	Метод ВС, брикеты массой более 1 кг — отрезать сектор 1—2 см от краев, брикеты массой менее 1 кг — по одному брикету	1—3 кг	Кусочки или брикеты измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,25
	Пищевые продукты в жидкой форме				
	В крупной таре (контейнеры, цистерны, баки, бочки и т. д.)	Метод ПР, тара высотой до 2 м — полный слой, тара выше 2 м — с трех уровней	2 л	Разовые пробы сливают, перемешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец	0,25
	В мелкой таре (фляги, бутылки, банки)	Метод ПУ	2 л	Исходные образцы сливают, перемешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец	0,25
	Во время перегрузки	Метод ПР, с разных мест отдельных мешков	2 л	То же	0,25
	Пищевые продукты мазеобразной и твердой консистенции				
	В крупной таре	Метод ПР, тара высотой до 2 м — полный слой, тара выше 2 м — с трех уровней	0,5—2 кг	Разовые пробы сливают, перемешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец, при этом исходные образцы материала твердой консистенции измельчаются	0,25
	В мелкой таре	Метод ПУ	0,2—1 кг	Исходные образцы объединяют, перемешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец	0,2

Продолжение

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
Пищевые продукты в упаковке (консервы, товар в бумажной или пластмассовой упаковке, в мешках и т. д.)					
	Сгущенное молоко, джем, повидло и др.	Метод ПУ	1 банку от варки или 2 кг	В случае взятия 1 банки она составляет средний образец, в других случаях перемешать и выделить средний образец	0,5—1
	Мясные консервы	То же	1 кг	Измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
	Другие товары (мука, крупа, чай, кофе и др.)	» »	1 кг	Удалить упаковки, перемешать, если нужно, измельчить и выделить средний образец	0,25—0,5
Продукты в кусках без упаковки					
	Мясопродукты (ветчина, бекон, сало, колбаса и др.)	Метод ПР	0,5 кг	Отрезать исходные образцы массой 10 г с разных единиц продукции, измельчить и перемешать, средняя проба составляет средний образец	0,5
	Сосиски и сардельки	Метод ОШ	0,4—0,5 кг	Отделить как исходные образцы сосиски и сардельки, не нарушая их целостности	0,4—0,5
	Твердый сыр	Метод ПР	0,05—0,1 кг	Исходные образцы измельчить, перемешать, они составляют средний образец	0,05—0,1

Продолжение

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
		Молоко			
	Со сливного пункта	Из цистерн (танков) 3 пробы с разной глубины по 100 мл. Из струи 3 пробы с интервалом в несколько минут	100 мл	Каждая средняя проба является средним образцом	300 мл
	С молочных ферм	От 10 выбранных коров в определенном хозяйстве по 100 мл	1,0 л	То же	0,5 л
	Из торговой сети	Методом ОШ, бутылки или другая упаковка	1,0 л	» »	0,5 л
		Молочные напитки (сметана, йогурт и т. п.)			
	С молокозавода и из торговой сети	Из цистерн (танков) 3 пробы с разной глубины. Из упаковок методом ОШ	100 мл	Каждая средняя проба является средним образцом	300 мл
	Масло	Методом ПР или ПУ	0,5—2 кг	Разовые пробы смешать и выделить средний образец	0,2—0,25
		Сыры			
	Твердые сыры	Методом ПР	0,05—0,1 кг	Средние пробы измельчить и перемешать, это составит средний образец	0,05—0,1
	Мягкие сыры	То же	0,5—2 кг	Разовые пробы смешать и выделить средний образец	0,2—0,25
	В упаковке	Методом ОШ	0,5 кг	То же	0,2

Отбор проб лекарственных и ароматических растений*

Материал	Величина средней пробы или исходного образца, г	Величина среднего образца, г
Почки березовые	150	50
Почки сосновые	350	100
Листья цельные	400	100
Листья сенны, толокнянки, брусники	150	50
Листья разные	200	50
Цветки	300	100
Цветки коровяка, крапивы глухой, ландыша, полыни цитварной, ноготков, кукурузные столбики с рыльцами	150	50
Цветки бузины черной	75	50
Цветки ромашки аптечной	200	100
Цветки ромашки долматской	400	200
Травы целые	600	250
Травы донника, душицы, тимьяна, анабазиса	150	50
Травы полыни	100	50
Травы резаные	200	75
Сочные плоды	200	100
Плод малины, шиповника	300	150
Плод стручкового перца	500	100
Сухие семена дурмана индейского, термопсиса	250	50

*Пробы отбирают методом ПР. При подготовке среднего образца отделяют половину массы, измельчают и перемешивают ее, а затем выделяют средний образец.

Продолжение

Материал	Величина средней пробы или исходного образца, г	Величина среднего образца, г
Корни, корневища целые	Масса 1 шт.	100
Корень истода, корневище и корень марены, корень мыльный красный	400	100
Корни валерианы	400	100
Корень девежисила, корневище папоротника и корень ревеня	1300	250
Корень солодки очищенный	2200	250
Корень барбариса	5200	500
Корни и корневища резаные	200	100
Кора целая	650	250
Кожа резаная	200	100
Прочее растительное сырье:		
пиретрум (порошок)	100	100
мох дубовый и исландский	150	100
ликоподит	150	50
губка лиственная	550	250
рожки спорыньи	150	50
березовый гриб (чага)	3000	500
морская капуста	5000	500
в т. ч.:		
шинкованная	1000	500
порошок	400	100
Бодяга	150	150

Выписка из перечня «Допустимые остаточные количества пестицидов в пищевых продуктах» и дополнения к нему, утвержденные Минздравом СССР 24.03 1977 г. № 1735—77, 24.08 1979 г. № 2052—79 и 21.04 1981 г. № 2390—81

Пестицид	Продукт	Допустимые остаточные количества (ДОК), мг/кг
1	2	3
Абат	Сахарная свекла, овощи, цитрусовые	0,3
	хлопковое масло	
Афуган	Продукты питания	Не допускается
Амидофос	Молоко и молочные продукты	Не допускается
	Мясо и мясные продукты	0,3
Агелон	Кукуруза	0,2
Акрекс	Огурцы, яблоки, цитрусовые	0,05
Амибен	Капуста, томаты	0,25
Амифос	Сахарная свекла	0,1
	Остальные продукты растительного происхождения	0,3
Антио	Яблоки, груши, сливы, цитрусовые, виноград, капуста и другие овощи	0,2
Арезин	Картофель	0,1
Атразин	Зерновые, фрукты, овощи	0,1
	Мясо, яйца	0,02
	Молоко	Не допускается
Байялан	Зерновые	0,2
Базудин	Капуста, лук, картофель	0,1
	Томаты, свекла, огурцы	0,5
	Зерно	1,0
	Жир мясной	0,7
	Морковь, молоко, молоч. продукты	Не допускается
Анилат 93%-ный	Пшеница (зерно)	1,0
Байлетон	Огурцы, томаты (закрытый грунт)	0,5
Бромофос	Яблоки	0,1
	Виноград	0,05
	Ягоды (смородина, малина)	0,02
	Косточковые (персики, черешня)	0,07
	Овощи: капуста, фасоль, огурцы, салат, горошек	0,05
	Хмель	0,5
Бенлат	Сахарная свекла, пшеница	1,0
Бетанал	Свекла	0,2
Бромтан	Овощи, бахчевые	3,0
Бордоская жидкость	Фрукты, овощи	5,0
	Мясо, яйцо	2,0
Валексон	Зерно	0,6
Гардона	Семечковые, косточковые, хмель, капуста	0,8
	Ягоды	0,01
Гамма-изомер гексахлорциклогексана (линдан)	Картофель, горох, зерновые	0,5
	Масло сливочное, жир	0,2
	Рыба	0,2
	Молоко, молочные продукты, мясо (мышечная ткань), яйца, сахар	0,005

Продолжение

Пестицид	Продукт	Допустимые остаточные количества (ДОК) мг/кг
1	2	3
Гексахлоран (сумма изомеров)	Картофель и овощи	0,5
	Зерновые	0,2
	Масло сливочное, жир	0,2
	Рыба	0,2
	Молоко, молочные продукты, мясо яйца, сахар	0,005
Гексахлорбутадиен	Виноград, виноградное вино	0,01
	Виноградный сок	Не допускается
Гексахлорбензол	Зерно (пшеница)	0,01
Гербициды группы 2,4-Д	Все пищевые продукты	Не допускается
Гептахлор	Все пищевые продукты	Не допускается
Гербан	Растительные пищевые продукты	0,1
Гидрел	Черешня, яблоки, мандарины, огурцы	0,15
Далапон	Фрукты, виноград, овощи	1,0
Дактал	Растительные пищевые продукты	3,0
ДДВФ	Мука, крупа, молоко, мясо	Не допускается
	Отруби, зерно	0,3
	Косточковые, семечковые, ягоды, виноград	0,05
ДДТ и его метаболиты (применение препарата в сельском хозяйстве запрещено)	Фрукты, овощи, картофель	0,1
	Рыба	0,2 (временно)
	Рыбные консервы	0,2 (временно)
	Зерновые	0,02
	Молоко, молочные продукты детского и диетического питания, мясо, яйца, ягоды, сахар	0,005 (временно)
	Продукты переработки молока (творог, сметана, сливки, масло)	1,25 мг/кг в пересчете на жир (норма рекомендована СЭВ)
ДДТ и его метаболиты (ДДЭ, ДДД)	Табак и табачные изделия	0,7
Дилор	Виноград, картофель	0,15
	Томаты и другие овощи, сахарная свекла	0,2
Дифос	Молоко	0
	Мясо, яйца	1,0
Дибром	Мясо	0,3
	Картофель	0,2
	Другие овощи	0,1
	Молоко и продукты его переработки	0
Диурон	Хлопковое масло	0,05
Дикрезил	Молоко, молочные продукты, яйца	Не допускается
Дикотекс (метаксон)	Зерно	0,05
Динитроортокрезол	Все пищевые продукты	Не допускается
Дифенамид	Овощи	0,15
Дихлоральмочевина	Все пищевые продукты	Не допускается
	Зерно	7,0
Дихлорэтан	Мука	5,0
Дитан М-45	Картофель	0,1

Продолжение

Пестицид	Продукт	Допустимые остаточные количества (ДОК), мг/кг
1	2	3
	Виноград, томаты	1,0
Динитророданбензол	Овощи, фрукты, виноград	0,2
Дозанекс	Овощи, зерновые	0,1
Изофос	Рис	0,1
Зенкор	Картофель, томаты	0,25
Каптан	Косточковые, семечковые, виноград, овощи	0,35
Карагард	Семечковые, виноград	0,1
Каратан	Бахчевые, яблоки, груши, огурцы	1,0
	Ягоды	Не допускается
Карбин	Овощи, фрукты	0,1
	Зерновые	1,0
Карбофос	Овощи, фрукты и другие растительные продукты	1,0
	Мука	2,0
	Зерно	3,0
	Крупа (кроме манной)	1,0
	Хлеб	1,0
	Зернобобовые	3,0
Кротонлактон сырец	Зерно (пшеница, кукуруза)	0,2
Карпен	Фрукты	0,6
Кельтан	Фрукты, овощи	1,0
Котофор	Хлопковое масло	Не допускается
Которан	Хлопковое масло	0,1
Корал	Молоко, молочные продукты, яйца	Не допускается
	Мясо, мясопродукты	0,2
Купрозан	Овощи, фрукты, виноград, бахчевые	5,0
	Зерновые	1,0
Купронафт	Виноград	4,0
	Яблоки, груши	2,0
Кремнефтористый натрий	Мясо	0,4
Ленацил	Столовая свекла	0,5
Линурон	Картофель, бобовые, кукуруза	0,1
	Морковь	0,05
МГ-натрий	Картофель, корнеплоды, лук	14,0
Медный купорос	Фрукты	5,0
Мезоранил	Овощи	0,2
Метилнитрофос	Цитрусовые	0,1
	Зерно	0,1
	Хлеб	0,1
	Мука	0,3
Метальдегид	Овощи, фрукты	0,7
Метафос	Все пищевые продукты	Не допускается
Мильтокс-специаль	Овощи, фрукты, виноград, бахчевые	0,5 (по цинебу)
	Зерно	1,0 (по цинебу)
Метоксихлор	Все пищевые продукты	14,0
Монурон	Семечковые, виноград, цитрусовые, овощи	0,05
Мороцид	Фрукты, цитрусовые	0,002
Морестан	Семечковые, виноград	Не допускается

Продолжение

Пестицид	Продукт	Допустимые остаточные количества (ДОК), мг/кг
1	2	3
Метазин	Картофель	0,05
2М-4ХМ	Зерновые	0,1
2М-4ХП	Зерновые	0,25
Неорон	Хлопковое масло, шрот	0,02
Нитрафен	Все пищевые продукты	Не допускается
Нитрохлор	Капуста	0,1
Пентахлорнитробензол	Зерновые	1,0
	Хлопчатник (семена)	0,03
Полимарцин	Яблоки, виноград, томаты, картофель	0,1
Поликарбацин	Овощи, фрукты, ягоды	1,0
Полихлоркамфен	Картофель, сахарная свекла	0,1
	Зеленый горошек, сахар, молоко, мясо, яйцо	Не допускается
Полихлорпинен	Картофель, сахарная свекла, горох, сахар, молоко, мясо, яйцо	Не допускается
	Мука	Не допускается
Препарат 242	Зерно сырое	2,0
Пропанид	Рис	0,3
Пропазин	Зернобобовые	0,2
	Морковь	Не допускается
Пиримор	Яблоки, персики	Не допускается
Прометрин	Овощи, картофель	0,1
	Морковь	Не допускается
Реглон	Растительное масло	0,1*
Ронит	Сахарная и столовая свекла	0,3
Ртутьсодержащие пестициды	Все пищевые продукты	Не допускается (учитывается естественное содержание ртути в печени животных не более 0,03 мг/кг и почках не более 0,05 мг/кг)
Сайфос	Овощи, картофель, сахарная свекла, бахчевые бобовые, семечковые и другие фрукты	1,0
Севин	Плоды, ягоды, кукуруза, семена хлопчатника	Не допускается
Семерон	Капуста	0,05
Сероуглерод	Зерно	10,0
	Мука, крупа	1,0
	Хлеб и другие продукты, изготовленные из зерновых	0,006
Симазин	Фрукты	0,2
	Виноград	0,05
	Зерновые	1,0
Солан	Томаты	1,5
Тедион	Овощи, фрукты	0,7
Тордон 22К	Кукуруза	Не допускается

* Расчетные нормативы.

Продолжение

Пестицид	Продукт	Допустимые остаточные количества (ДОК), мг/кг
1	2	3
	Грибы, лесные ягоды	0,5
Трефлан	Лук, морковь, капуста	0,5
Теноран	Морковь	0,02
Тербацил	Яблоки, цитрусовые, виноград, персики	0,05
Тиазон	Картофель, огурцы и другие овощи, рыба	0,5
Тиллам	Овощи, томаты, сахарная и столовая свекла	0,05
ТМТД	Все пищевые продукты	Не допускается
Трихлорметафос-3	Фрукты, овощи	1,0
	Зерно	0,5
Трихотецин	Огурцы	1,0
Трихлорацетат натрия	Овощи, фрукты, зерно	0,01
Тролен	Мясо, мясопродукты	0,3
Топсин-М	Яблоки, груши, вишни, персики, виноград	1,0
Фозалон	Семечковые, косточковые, виноград, цитрусовые, зерновые, картофель	0,2
Фосфамид	Фрукты, цитрусовые, картофель, овощи, зерновые	1,0
Фталан	Семечковые, косточковые, виноград, овощи, картофель	2,0
Фталофос	Сахарная свекла	0,25
	Картофель	Не допускается
Фостоксин	Зерно	0,01 (по фосфористому водороду)
Фенурон	Грибы, лесные ягоды	1,0
Хлорофос	Зелень, фрукты, капуста	0,1
	Другие овощи	0,2
	Мясо, молоко и молочные продукты	Не допускается
Хлорхолинхлорид	Овощи, фрукты	0,05
	Зерно	0,1
Хлор ИФК	Морковь	0,05
Цидиал	Семечковые, виноград, цитрусовые	0,1
Циодрин	Молоко, молочные продукты	Не допускается
	Мясо	0,005
Цианокс	Виноград, яблоки	0,1
Четыреххлористый углерод	Зерновые	50,0
	Мука, крупа	10,0
	Хлеб и другие продукты, изготовленные из зерновых	0,05
Эптам	Свекла	0,05
Ялан	Рис	0,2

СПИСОК СОКРАЩЕННЫХ НАЗВАНИЙ НАУЧНЫХ УЧРЕЖДЕНИЙ, ВСТРЕЧАЮЩИХСЯ В СПРАВОЧНИКЕ

АрмФилВНИИГИНТОКС — Армянский филиал Всесоюзного научно-исследовательского института гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Ереван).

БелНИСГИ — Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт (Минск).

ВИЗР — Всесоюзный научно-исследовательский институт защиты растений (Ленинград).

ВИЛАР — Всесоюзный научно-исследовательский институт лекарственных растений (Москва).

ВИЭВ — Всесоюзный институт экспериментальной ветеринарии (Москва).

ВНИВО — Всесоюзный научно-исследовательский институт по охране вод (Харьков).

ВНИИбакпрепарат — Всесоюзный научно-исследовательский институт микробиологических средств защиты растений и бактериальных препаратов (Москва).

ВНИИ биометодов — Всесоюзный научно-исследовательский институт биологических методов защиты растений (Кишинев).

ВНИИВС — Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной санитарии (Москва).

ВНИИВЭА — Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной энтомологии и арахнологии (Тюмень).

ВНИИГИНТОКС — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Киев).

ВНИИ жиров — Всесоюзный научно-исследовательский институт жиров (Ленинград).

ВНИИМП — Всесоюзный научно-исследовательский институт мясной промышленности (Москва).

ВНИИПП — Всесоюзный научно-исследовательский институт птицеперерабатывающей промышленности (Москва).

ВНИИ фитопатологии — Всесоюзный научно-исследовательский институт фитопатологии (Голицыно Московской области).

ВНИИХСЗР — Всесоюзный научно-исследовательский институт химических средств защиты растений (Москва).

ВНИМИ — Всесоюзный научно-исследовательский институт молочной промышленности (Москва).

ВНИТИГ — Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (Уфа).

ВНИФС — Всесоюзная научно-исследовательская противофиллоксерная станция (Одесса).

ГрузНИИЗР — Грузинский научно-исследовательский институт защиты растений (Тбилиси).

Институт коллоидной химии и химии воды АН УССР (Киев).

ИЭМ — Институт экспериментальной метеорологии (Обнинск).

КНИИГТиПЗ — Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний (Киев).

МТИММП — Московский технологический институт мясной и молочной промышленности (Москва).

УкрИЗР — Украинский научно-исследовательский институт защиты растений (Киев).

УкрНИИЭВ — Украинский ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт экспериментальной ветеринарии (Харьков).

Аатрекс. См. *атразин*
Абат (дифос) **77, 123**
Азиадотион. См. *сайфос*
Азипротрин. См. *мезоранил*
Азунтол. См. *корал*
Альдрин 7, 9, **37**
Амибен **167**
Амифос **57**
Амобен. См. *амибен*
Антио **57, 63, 64, 117, 123**
Арезин 139, 142
Арохлор **10**
Аслон. См. *линурон*
Атразин **215**
Афолан. См. *линурон*
Афекс. См. *сайфос*
Афуган **57, 124**

Базудин (диазинон) **57, 72**
Байгон. См. *пропаксур*
Байер 21/199. См. *корал*
Байер 39007. См. *пропаксур*
Байтекс **123**
Байтион. См. *фоксил*
БАС-235001; 235041; 235051. См. *фенеткарб*
Бенсулид. См. *префар*
Бетазон. См. *префар*
Бетанал **148**
Бладекс. См. *симазин*
Блаттанекс. См. *пропаксур*
Больфо. См. *пропаксур*
Брасоран. См. *мезоранил*
Бромофос **57, 66**

Валексон. См. *фоксим*
Варбекс **69**
Вегибен. См. *амибен*
Видекс. См. *симазин*
Витамицин А **255, 256**
Волатон. См. *фоксим*
ВФ-293. См. *кельтан*

Г-27692. См. *симазин*
Г-30027. См. *атразин*
Г-30028. См. *пропазин*
Г-34161. См. *прометрин*
Г-34360. См. *семерон*
Г-36393. См. *метопротрин*
Газатон. См. *симазин*
Гардона **57, 72**
Гардоприм (хлоркарагард) **216, 223**
Гарнитан. См. *линурон*
ГАС-893. См. *дактал*
Гажнон **131**
Гезагард. См. *прометрин*
Гезамил. См. *пропазин*
Гезаприм. См. *атразин*
Гезаран. См. *метопротрин*
Гексахлоран (ГХЦГ) 22, **36**, 79
Гексахлорбензол **6**, 7, 9, 170
Гексахлорбутадиен (ГХБД) **21**, 22
Гептахлор **13**, 16, 29, 30, 32, 34, **36**
Гербицид 6602. См. *дозанекс*
Гетерофос **70**
Гомелин **251**
Гранозан 239
ГС-13529. См. *хлоркарагард*
ГС-14259. См. *метоксикарагард*
Альфа-ГХЦГ **5**, 7, 9, 13, 16, 17, 29, 32
Гамма-ГХЦГ **6**, 7, 9, 13, 16, 17, 18, 29, 32, 33, 34

2,4-Д **176, 182**, 187, 193
2,4-Д бензиловый эфир **190**
2,4-Д полиэтиленгликолевый эфир **187**
Дактал **35, 169**
Далапон 170
ДДВФ **73, 75, 123**
п, п'-ДДД **5**, 7, 9, 13, 16, 17, 18, 23, 29, 30, 32, 34, **37**
о, п'-ДДТ 5, 7, 9, 13, 17,
п, п'-ДДТ 5, 7, 9, 13, 16, 17, 18, 22, 23, 29, 30, 32, 33, 34, **37, 79**
п, п'-ДДЭ **6**, 7, 9, 13, 16, 17, 18, 23, 29, 30, 32, 34, **37**
Дервикол. См. *дервинол*
Дервинол **210**
Десметрин. См. *семерон*
Десфероль **22**
Диазинон. См. *базудин*
Дибром 75, **123**
Дигидрогептахлор. См. *дилор*
Дикуран **133**
Дикурон 139
Дилор **24**
Дилокс. См. *хлорофос*
Димид. См. *дифенамид*
Диптерекс. См. *хлорофос*
Дифенамид **174**
Дифос. См. *абат*
Диурон 139
3,4-дихлоранилин 161
Дихлорфос. См. *ДДВФ*
2,4-дихлорфеноксимасляная кислота **193**
2,4-ДМ **193**

Дозанекс **135**

Зоокумарин **227**

Игран **215**
Изофос-3 **78**

Канехлор **10**
Капарол. См. *прометрин*
Карагард **215**
Карахол. См. *суффикс*
Карбарил. См. *севин*
Карбафос **57**, 72, **81**, 83, 85, **123**
Касарон **203**
Кельван. См. *деспироль*
Кельтан **28**, **37**
Корал **87**, **123**
Которан **141**
Кумафос. См. *корал*

Линдан. См. *гамма-ГХЦГ*
Линурон **137**, 139, 142
Лорокс. См. *линурон*

Малоран **139**, **141**
Медь **232**, **233**
Медный купорос **232**, **233**
Мезоранил **215**
Меназон. См. *сайфос*
Метазин **215**
Метафос **57**, 66, 72, **83**, **123**
Метилмеркурхлорид **235**, 239
Метилнитрофос **57**, 72, 89, **123**
Метилртуть **239**
Метоксикарагард **216**
Метоксихлор **35**
Метоксуран. См. *дозанекс*
Метопротрин **215**
Милогард. См. *пропазин*
Мильбекс **105**
Монурон 139
Мускатокс. См. *корал*
2М-4ХМ (2-метил-4-хлорфеноксиуксусная кислота) **196**, **198**
2М-4ХМ (2-метил-4-хлорфеноксимасляная кислота) **196**
2М-4ХП (2-метил-4-хлорфеноксипропионовая кислота) **196**

Н-2810. См. *линурон*
Нитран. См. *трефлан*
Нитрофен. См. *нитрохлор*
Нитрохлор **29**
Нуван. См. *ДДВФ*

Оксамат **209**

Паторан 142
Пенокумарин **227**
Пентахлорнитробензол **31**
Пиримикарб. См. *пиримор*
Пиримор **150**
Полихлорированные бифенилы (ПХБ) **6**, **10**, **17**
Полихлорированные нафталины (ПХН) **10**
Полихлорированные терфенилы (ПХТ) **10**
ПП-175. См. *сайфос*
Пребан. См. *игран*
Префар **90**
Префикс **203**
Приматол-А. См. *атразин*
Приматол-М. См. *гардоприм*
Приматол-П. См. *пропазин*
Приматол-С. См. *симазин*
Прометрин **215**
Пропазин **215**
Пропанид 79, 161
Пропоксур **154**
ПХНБ. См. *пентахлорнитробензол*
ПЭБК. См. *тиллам*

Р-7465. См. *дервинол*
Резитокс. См. *корал*
Рицид 79, **124**
Рогор. См. *фосфамид*
Ртуть общая **241**, **248**
Ртутьорганические пестициды, **232**, **233**, **235**, **238**, **239**

С-1983. См. *тенoран*
Сайфос **57**, 72, **93**, **95**
Сатурн **156**
Сафизон. См. *сайфос*
Сафикол. См. *сайфос*
Севин **162**
Семерон **215**
Сероуглерод **260**
Симазин **215**
Совол 11, 13, 16
Совтол **11**
Соединение 29659. См. *тенoран*
Солан 139
Суффикс **201**
2,4,5-Т 177, 182, 187, 190, 193

Тедион **35**
Тенoран 139, 144
Тербутрин. См. *игран*
Тиллам **164**
Тиофанат. См. *топсин НФ-35*
Тиофанат-метил. См. *топсин НФ-44*
Топсин НФ-35 **145**
Топсин НФ-44 **145**
Трефлан **49**
Трифлюрамин. См. *трефлан*
Трихлорацетат натрия **212**
Трихлорметафос-3. См. *ТХМ-3*
Трихлоруксусная кислота **212**
Трихлорфон. См. *хлорофос*
Трихотецин **258**

Тролен 72
ТХД 12, **13**, 16
ТХМ-3, **18**, 72
Фамофос. См. *варбекс*
Фамур. См. *варбекс*
Фенеткарб **154**
Фенитрооксон **124**
Фенкаптон **57**, 81, **123**
Фенохлор **10**
Фозалон **57**, 72, 81, **101**, **105**, **107**, **109**, **114**, **123**
Фоксим **57**, **97**, **99**, 123
Фосфамид **57**, **63**, **64**, **81**, **117**, **118**, **124**, **128**
Фталофос **57**, 72, 81, **112**, **114**, **123**

Хлоркарагард. См. *гардоприм*
Хлороксурон. См. *тенорам*
Хлорорганические пестициды **6**, **10**, **18**, **34**
Хлорфен **10**, 13, 16
Хлорфенокарб. См. *тенорам*
Хлорофос 72, **75**, **124**, **128**, **129**
Хлорэтанол. См. *кельтан*
Церкобин. См. *топсины НФ-35* и *НФ-44*
Цианамид-38023. См. *вербекс*
Цианокс **57**, **120**, **124**
Цианоксон **122**
Цидиал **57**, 81
Циодрин **124**
Цитразин. См. *симазин*

Четыреххлористый углерод **46**, 232

Экзотоксин **253**
Энид. См. *дифенамид*
Эптам **164**
ЭПТК. См. *эптам*
Этилмеркурхлорид **235**, **239**
ЭФ-2 33
Эфирсульфонат **35**

Ялан 79, 161

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие 3

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Методические указания по определению остаточных количеств хлорсодержащих пестицидов (гексахлорбензола, α- и γ-изомеров ГХЦГ, ДДЭ, ДДТ) в почве методом газо-жидкостной хроматографии 5
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов при их совместном присутствии в объектах внешней среды и биоматериале 10
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в сырье для производства детских сухих молочных смесей 1
Методические указания по определению гексахлорбутадиена в почве газохроматографическим методом 21
Методические указания по определению остаточных количеств деспироля (келевана) в картофеле, свекле, почве 22
Методические указания по газохроматографическому определению дилора в почве, кормах, органах и тканях животных 24
Методические указания по определению кельтана в молоке газохроматографическим методом 28
Методические указания по определению нитрохлора в капусте и воде методом газо-жидкостной хроматографии 29
Методические указания по определению пентахлорнитробензола в зерне и воде газо-жидкостной хроматографией 31
Методические указания по определению ЭФ-2 в зерне методом газо-жидкостной хроматографии 33
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое 34
Методические указания по определению четыреххлористого углерода в зерне фотоколориметрическим методом 46

ФТОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Методические указания по определению микроколичеств трефлана и нитрофора 49

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (амифос, антио, афуган, базудин, бромофос, валексон, гардона, карбофос, метафос, метилнитрофос, сайфос, цианокс, цидиал, фенкаптон, фозалон, фосфамид, фталофос) в воде хроматографическими методами 57
Методические указания по определению антио и фосфамида в меде методом хроматографии в тонком слое 63
Методические указания по определению антио и фосфамида в кормах методом тонкослойной хроматографии 64
Методические указания по определению бромофоса в почве, воде, фруктах хроматографическими методами 66

Методические указания по определению варбекса в молоке и тканях животных методом газо-жидкостной хроматографии 69
Методические указания по определению гетерофоса в почве и овощах газо-жидкостной хроматографией 70
Методические указания по определению диазинона в почве газо-жидкостной хроматографией 72
Методические указания по определению ДДВФ в молоке и воде методом газо-жидкостной хроматографии 73
Методические указания по определению ДДВФ в тканях животных методом хроматографии в тонком слое 75
Методические указания по определению абата (дифоса) в мясе и молоке методом хроматографии в тонком слое 77
Методические указания по определению изофоса-3 в почве хроматографическими методами 78
Методические указания по определению карбофоса в почве методом хроматографии в тонком слое 81
Методические указания по определению карбофоса в зерне и метафоса в капусте методом газо-жидкостной хроматографии 83
Методические указания по определению карбофоса в тканях животных методом хроматографии в тонком слое 85
Методические указания по определению корала в воде и биологическом материале 87
Методические указания по определению метилнитрофоса в мясе, яйцах, молоке методом газо-жидкостной хроматографии 89
Методические указания по определению префара в томатах, арбузах, овощах и воде хроматографическими методами 90
Методические указания по определению сайфоса в растительном материале и почве методом тонкослойной хроматографии 93
Методические указания по определению сайфоса в растительном материале методом спектрофотометрии 95
Методические указания по энзимно-хроматографическому определению фоксима в зерне и продуктах его переработки 97
Методические указания по определению фоксима (валексона) в молоке и тканях животных методом газо-жидкостной хроматографии 99
Методические указания по определению остаточных количеств фозалона в почве хроматографическими методами 100
Методические указания по определению фозалона и мильбекса в биологическом материале газо-жидкостной хроматографией 105
Методические указания по определению фозалона в молоке, тканях животных и кормах методом тонкослойной хроматографии 107
Методические указания по определению фозалона в растительном материале, кормах, биологическом материале методом газо-жидкостной хроматографии 109
Методические указания по определению фталофоса, его метаболитов и промежуточных продуктов синтеза в биологических субстратах методом хроматографии в тонком слое 112
Методические указания по определению фталофоса и фозалона в воде и рыбе и фозалона в кормах и мясе методом тонкослойной хроматографии 114
Методические указания по определению антио и фосфамида во фруктах методом газо-жидкостной хроматографии 117
Методические указания по определению фосфамида в почве хроматографическими методами 118
Методические указания по определению цианокса в яблоках хроматоэнзимным методом 120
Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биологических субстратах энзимно-хроматографическим методом 122
Методические указания по определению хлорофоса и фосфамида в плодах шиповника методом тонкослойной хроматографии 128
Методические указания по определению хлорофоса в молоке, тканях животных и яйцах кур газо-адсорбционным методом 129

ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ

Методические указания по определению гатнона в воде и продуктах растительного происхождения фотометрическим методом 131
Методические указания по определению дикурана в сырье мака масличного методом хроматографии в тонком слое 133
Методические указания по определению дозанекса в воде, овощах, зерне методом тонкослойной хроматографии 135
Методические указания по определению линурона в эфирных маслах в маслосодержащем сырье методом газо-жидкостной хроматографии . . 137
Методические указания по определению малорана в воде хроматографическими методами 139
Методические указания по определению малорана и которана в овощных и лекарственных культурах методом хроматографии в тонком слое . . 141
Методические указания по определению тенорана в ягодах земляники и почве методом хроматографии в тонком слое 144
Методические указания по определению топсинов НФ-35 и НФ-44 в воде, овощах и фруктах методом хроматографии в тонком слое 145

ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБАМИНОВОЙ, ТИО- И ДИТИОКАРБАМИНОВОЙ КИСЛОТ

Методические указания по определению бетанала в биологических средах методом хроматографии в тонком слое 148
Методические указания по определению пиримора в продуктах растительного происхождения, воде и почве хроматографическими методами . . 150
Методические указания по определению пропоксура и фенеткарба в молоке и мясе методом тонкослойной хроматографии 154
Методические указания по определению сатурна в воде, почве и рисе хроматографическими методами 156
Методические указания по определению севина в биологических субстратах и воде методом тонкослойной хроматографии 162
Методические указания по определению эптама и тиллама в воде, почве, свекле и ботве методом газо-жидкостной хроматографии 164

КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ

Методические указания по определению амибена в воде методом газо-жидкостной хроматографии 167
Методические указания по определению дактала в воде, почве, картофеле методом газо-жидкостной хроматографии 169
Методические указания по определению натриевой соли α,α-дихлорпропионовой кислоты (далапон) в воде и почве хроматографическими методами 170
Методические указания по определению дифенамида в томатах методом тонкослойной хроматографии 174
Методические указания по определению 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде, почве, фураже, продуктах питания растительного и животного происхождения хроматографическими методами 176
Методические указания по определению 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде и пищевых продуктах хроматографическими методами 182
Методические указания по определению полиэтиленгликолевого эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде и зерне методом газо-жидкостной хроматографии 187
Методические указания по определению бензилового эфира 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воде и зерне методом газо-жидкостной хроматографии 190
Методические указания по определению γ-(2,4-дихлорфенокси)-масляной кислоты (2,4-ДМ) в воде, растительном материале и продуктах питания хроматографическими методами 193
Методические указания по определению 2-метил-4-хлорфеноксиуксусной (2М-4Х), 2-метил-4-хлорфеноксипропионовой (2М-4ХП) и 2-метил-4-хлорфеноксимасляной (2М-4ХМ) кислот в воде методом газо-жидкостной хроматографии 196

Методические указания по определению 2-метил-4-хлорфеноксиуксусной кислоты (2М-4Х) в воде, растительном материале и продуктах питания методом газо-жидкостной хроматографии 198
Методические указания по определению суффикса (карахола) в воде и зерне методом газо-жидкостной хроматографии 201
Методические указания по определению префикса и касарона в воде, почве и растительном материале хроматографическими методами 203
Методические указания по определению оксамата в молоке и тканях животных методом газо-жидкостной хроматографии 209
Методические указания по определению препарата девринола в воде и растительном материале методом хроматографии в тонком слое 210
Методические указания по определению трихлоруксусной кислоты и трихлорацетата натрия в воде, почве и растительном материале методом газо-жидкостной хроматографии 212

СИММ-ТРИАЗИНЫ

Методические указания по определению *симм*-триазинов (симазина, атразина, прометрина, пропазина, играна, карагарда, метопротрина, метазина, семерона, мезоранила) в зерне, фруктах, овощах, почве, воде хроматографическими методами 215
Методические указания по определению гардоприма в воде, почве и растительном материале 223

ПРОИЗВОДНЫЕ КУМАРИНА

Методические указания по определению зоокумарина в тканях и крови животных, в приманках и препарате (пенокумарин) хроматографическими и спектрофотометрическими методами 227

МЕДЬ- И РТУТЬСОДЕРЖАЩИЕ СОЕДИНЕНИЯ

Методические указания по определению меди в абрикосах и винограде колориметрическим методом 232
Методические указания по определению меди в компотах, соках, варенье, маринадах колориметрическим методом 233
Методические указания по определению метил- и этилмеркурхлорида в пищевых продуктах, кормах и почве методом газовой хроматографии 235
Методические указания по определению ртутьорганических пестицидов в овощах, продуктах животноводства, кормах и патматериале хроматографическими методами 238
Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, мясопродуктах, яйцах, рыбе, молочных продуктах, шоколаде, почве колориметрическим способом или при помощи тонкослойной хроматографии 241
Методические указания по определению ртути в рыбе и молочных продуктах хроматографическим методом 248

БИОПРЕПАРАТЫ

Методические указания по определению гомелина в объектах окружающей среды микробиологическим методом 251
Методические указания по определению β-экзотоксина в продуктах урожая сельскохозяйственных растений 253
Методические указания по определению витамицина А в тканях и внутренних органах животных и птиц методом тонкослойной хроматографии 255
Методические указания по определению витамицина А в мясе и биологическом материале методом тонкослойной хроматографии 256
Методические указания по определению трихотецина в продуктах урожая сельскохозяйственных растений хроматополярографическим методом . . 258

РАЗНОЕ

Методические указания по определению сероуглерода в винограде колориметрическим методом 260
Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции,

продуктов питания и объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов 261
Приложение 1. Отбор проб растительного материала на корню 274
Приложение 2. Отбор проб мяса и внутренних органов убойных животных и проб рыбы 281
Приложение 3. Отбор проб материалов со складов, баз, хранилищ, транспортных средств 283
Приложение 4. Отбор проб лекарственных и ароматических растений . . 289
Приложение 5. Выписка из перечня «Допустимые остаточные количества пестицидов в пищевых продуктах» и дополнения к нему, утвержденные Минздравом СССР 291
Список сокращенных названий научных учреждений, встречающихся в справочнике 296
Предметный указатель 297

Кира Федоровна Новикова,
Валентина Николаевна Полякова,
Галина Алексеевна Хохолькова и др.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

СПРАВОЧНОЕ ИЗДАНИЕ

Заведующая редакцией *М. М. Антонова*
Редактор *Л. И. Гоменюк*
Художник *В. Н. Иванов*
Художественный редактор *М. Д. Северина*
Технический редактор *Е. В. Соломович*
Корректор *Д. Е. Ткачева*

ИБ № 3191

Сдано в набор 06.08.82. Подписано к печати 04.04.83. Т-00400. Формат 60×90¹/₁₆. Бумага кн. ж. № 2 Гарнитура литературная. Печать высокая. Усл. печ. л. 19 Усл. кр.-отт. 19. Уч.-изд. л. 28,77. Изд. № 209. Тираж 11 000 экз. Заказ № 1360. Цена 1 р. 50 к.

Ордена Трудового Красного Знамени издательство «Колос», 107807, ГСП, Москва, Б-53, ул. Садовая-Спасская, 18.

Ярославский полиграфкомбинат Союзполиграфпрома при Государственном комитете СССР по делам издательств, полиграфии и книжной торговли. 150014, Ярославль, ул. Свободы, 97.

gost.e-ecolog.ru