ГОСКОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МИНСЕЛЬХОЗЕ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIII-я

Москва - 1983

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ ПРИ МСХ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ
В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ, КОРМАХ И ВНЕШНЕЙ СРЕДЕ

ЧАСТЬ XIII

Данные методики апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

Москва-1983

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

Срок действия временных методических указаний устанавливается до утверждения гигиенических регламентов.

Методические указания апробированы и рекомендованы в качестве официальных группой экспертов при Госкомиссии по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР. (Председатель группы экспертов – М.А.Клисенко).

Методические указания согласованы и одобрены отделом перспективного планирования санэпидслужбы ИМПиТМ им. Марциновского Е.И. и лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

УТВЕРЖДАЮ:
ЗАМЕСТИТЕЛЬ ГЛАВНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО
САНИТАРНОГО ВРАЧА СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

22 октября 1981 г.

№ 2482-81

ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ (ДДТ, ДДЭ, ДДД, АЛЬФА- И ГАММА-ГХЦГ) В РЫБЕ и РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ МЕТОДОМ ГАЗО-ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

I. КРАТКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРЕПАРАТОВ

Краткая характеристика препаратов изложена в книге "Методы определения микроколичеств пестицидов" издательство "Колос", 1972 г.

2. МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ В РЫБЕ И РЫБНОЙ ПРОДУКЦИИ

2.I. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

2.I.I Принцип метода

Метод основан на извлечении пестицидов из пробы органическим растворителем, очистке экстракта и определении содержания пестицида методом газо-жидкостной хроматографии.

2.I.2. Метрологическая характеристика.

Метрологическая характеристика дана в таблице I.

Чувствительность метода 10^{-5} мкг.

Предел обнаружения 0,002 мг/кг анализируемой пробы.

2.I.3. Избирательность метода

Другие хлорорганически пестициды(альдрин, дильдрин, гептахлор и др.) определению не мешают.

2.2. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ.

Гексан х.ч. ТУ 6-09-3375-78.

Эфир петролейный по ГОСТ 11992-66(температура кипения от +40 до 60°С), ч.

Бензол по ГОСТ 5955-75, х.ч.

Судан IУ по ТУ 6-11-47-69, ч.д.а.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166-60, х.ч., прокаленный при температуре +150°С в течение 5 ч.

Силикагель марки АСКГ (активированный силикагель крупнопористый гранулированный)по ГОСТ 3956-76 с размером зерен 0,20 - 0,50 мм, высушенный при температуре от +150 ^{0}С до +180^{0}С.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17229-78 марки А.

Ацетон по ГОСТ 2603-79, х.ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72, не содержащая хлоридов.

Стандарты хлорорганических пестицидов.

Хроматон N -AW-ДМСS, пропитанный 5% SE-30 (импортный), размер частиц 0.150 - 0,200 мм.

Хроматон N -AW-ДМСS , пропитанный ПФМС-4, размер частиц 0,125 - 0,160 мм.

2.3 ПРИБОРЫ И ПОСУДА

Газовый хроматограф "Цвет-106" (с детектором электронного захвата или другой прибор подобного типа).

Мясорубка с диаметром отверстий решетки 3 мм.

Гомогенизатор или измельчитель тканей.

Аппарат для встряхивания.

Прибор для отгонки органических растворителей по МРТУ 42-2589-66 или ротационный испаритель типа УЛ-042 25У4 по ГОСТ 10800-77 (или другой подобного типа).

Насос вакуумный масляный или водоструйный лабораторный стеклянный по ГОСТ 10996-75.

Аппарат экстракционный (аппарат Сокслета).

Баня водяная по ТУ 61-1-429-72.

Весы лабораторные рычажные по ГОСТ 24104-80 Е.

Колонки хроматографические стеклянные размером 450 х 20 мм.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556-75, обезжиренная в аппарате Сокслета.

Воронка химическая по ГОСТ 8613-75 с диаметром 3,5 - 4,5 см.

Воронка для сыпучих веществ по ГОСТ 8682-70 с нормальным клифом № 29.

Груша резиновая.

Колбы мерные по ГОСТ 1770-74 Е вместимостью 50, 100 и 200 см^3.

Колбы отгонные круглодонные со шлифом № 14 по ГОСТ 17004-71 вместимостью 100, 150 и 500 $см^3$.

Молоточек деревянный.

Пипетки по ГОСТ 20292-74 Е вместимостью 1; 2; 5; 10; 15; 20 и 25 $см^3$.

Палочки стеклянные.

Лопаточки стеклянные.

Пробирки мерные стеклянные по ГОСТ 10515-75 вместимостью 5 и 10 $см^3$.

Стаканы химические по ГОСТ 10894-72 вместимостью 150 и 200 $см^3$.

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770-74 вместимостью 25, 50, 100 и 150 $см^3$.

Шпатель фарфоровый по ГОСТ 9147-78.

2.4. ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

2.4.1. Проверка чистоты бензола, гексана и петролейного эфира.

Бензол, гексан и петролейный эфир проверяют на чистоту на газовом хроматографе. Для этого 50 $см^3$ каждого растворителя упаривают до объема 5 $см^3$. Для анализа берут 5 мкл. Появление на хроматограмме дополнительного пика свидетельствует о недостаточной чистоте растворителя.

Очистку растворителей проводят перегонкой над азотнокислым серебром или активированным углем (1 г/ $дм^3$), отбирая фракции, выделяющиеся: для гексана - при температуре от +60 до +70 °С; для петролейного эфира - от +40 до +60 °С; для бензола - от +78 до +81 °С.

2.4.2. Проверка чистоты силикагеля АСКГ.

Силикагель промывают 50 $см^3$ петролейного эфира и растворитель отбрасывают. Следующую порцию растворителя пропускают через силикагель, отнимают грушей в отгонную колбу и упаривают до объема 5 $см^3$. Для анализа берут 5 мкл. Появление на хроматограмме дополнительного пика свидетельствует о том, что силикагель загрязнен.

Очистку силикагеля проводят бензолом или смесью бензола и петролейного эфира (1 + 1). Силикагель заливают бензолом (смесью) и выдерживают 1 сутки. Затем бензол (смесь) отгоняют под вакуумом, а силикагель высушивают в вытяжном шкафу при комнатной температуре.

Все органические растворители, остающиеся после упаривания проб и промывки колонок, могут использоваться повторно после перегонки над активированным углем или азотнокислым серебром (I г/дм^3).

2.4.3. Проверка активности силикагеля[x)].

0,5 см^3 I%-ного спиртового раствора судана IV растворяют в I г жира, прибавляют I см^3 раствора пестицидов в гексане (с содержанием 0,I нг по гамма-ГХЦГ), объем доводят гексаном до 20 см^3 и вносят на колонку с 80 см^3 силикагеля АСКГ предварительно промытого петролейным эфиром (50 см^3).

Через 20 минут после стекания последней капли растворитель отгоняют, а пестициды элюируют II0 см^3 смеси бензол-петролейный эфир (в соотношении 30 + 80).

Неокрашенный элюат собирают в отгонную колбу вместимостью I50 см^3, упаривают до 0,I см^3 и переносят в мерную пробирку трижды промыв колбу гексаном. Объем доводят гексаном до 5 см^3. 5 мкл этого раствора вводят в газовый хроматограф. Если содержание пестицидов близко к внесенному, считают активность силикагеля достаточной.

В случае недостаточной активности силикагель АСКГ активируют высушиванием при +I20°С в течение 2 часов.

2.4.4. Приготовление стандартных растворов.

2.4.4.I. Раствор А.

20 мг гамма-ГХЦГ и 30 мг альфа-ГХЦГ растворяют в 50 см^3 н-гексана. Полученный раствор разводят в I0 раз.

В I см^3 раствора содержится 40 мкг гамма-ГХЦГ и 60 мкг альфа-ГХЦГ.

2.4.4.2. Раствор Б.

I4 мг ДДЭ, I8 мг ДДД и 40 мг ДДТ растворяют в I00 см^3 гексана.

В I см^3 раствора содержится соответственно I40, I80 и 400 мкг.

---

x) Разработано в бывшей Центральной Исследовательской лаборатории "Центрэкспортпродимпорт".

2.4.4.9. Основной раствор.

Основной раствор получают путем смешивания 2 $см^3$ стандартного раствора А и 2 $см^3$ стандартного раствора Б. Объем доводят н-гексаном до 200 $см^3$. Полученный раствор содержит в 5 мкл (нг гамма-ГХЦГ - 2,0; альфа-ГХЦГ - 3,0; ДДЭ - 7,0; ДДД - 9,0; ДДТ - 20,0.

2.4.4.4. Приготовление рабочих растворов

Раствор № I

I0 $см^3$ основного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 200 $см^3$, доводят до метки н-гексаном. I $см^3$ полученного раствора содержит 20 нг гамма-ГХЦГ. В 5 мкл содержится 0,I нг гамма-ГХЦГ.

Раствор № 2

85 $см^3$ раствора № I соединяют с I5 $см^3$ н-гексана. I $см^3$ полученного раствора содержит I4 нг. В 5 мкл содержится 0,07 нг гамма-ГХЦГ.

Раствор № 3

20 $см^3$ раствора № I соединяют с 20 $см^3$ н-гексана. I $см^3$ полученного раствора содержит I0 нг. В 5 мкл содержится 0,05 нг гамма-ГХЦГ.

Раствор № 4

I5 $см^3$ раствора № I соединяют с 85 $см^3$ н-гексана. I $см^3$ полученного раствора содержит 6 нг. В 5 мкл содержится 0,03 нг гамма-ГХЦГ.

2.4.5. Подготовка хроматографа к работе.

При работе на хроматографе "Цвет-I06" или другом приборе с детектором электронного захвата применяется спиралеобразная колонка длиной I м и диаметром 4 мм, заполненная смесью хроматона N - AW - ДМСS , пропитанный 5%-ным SE-30 с размером частиц 0,I60 - 0,200 мм и хроматона N -AW- ДМСS , пропитанного ПФМС-4 с размером частиц 0,I25 - 0,I60 мм в соотношении I + 4.

Температура термостата колонок должна быть от + I90 до + 2I0°С, детектора + 240 °С, а испарителя + 230°С. Скорость поддува газа-носителя (азот особой чистоты) на детектор 80 $см^3$/ мин. Скорость газа-носителя через колонку - 75 $см^3$/мин. Рабочая шкала электрометра 2 х I0 $^{-11}$ А. Быстродействие - 0,5 с

Время удерживания хлорорганических пестицидов при условиях хроматографирования на данном хроматографе:

альфа-ГХЦГ - I мин;
гамма-ГХЦГ - I мин I5 с;
п,п'- ДДЭ - 4 мин 20 с;
п,п'- ДДД - 5 мин 40 с;
п,п'- ДДТ - 7 мин I5 с.

2.4.6 ОТБОР ПРОБ.

Отбор проб производят в соответствии с методическими указаниями Минздрава СССР № 2051 - 79, утвержденными зам. Главного государственного санитарного врача СССР А.И.Заиченко 25 августа 1979 г.

2.5 ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.

2.5.I. Подготовка пробы

Рыбу очищают от чешуи, внутренних органов и разделывают на филе. Исследуемый образец (филе)[xx] массой около 250 г измельчают I - 3 раза на мясорубке (в зависимости от консистенции ткани) с решеткой, имеющей отверстия диаметром 3 мм и тщательно перемешивают. Для более тонкого измельчения образца (кроме жировой ткани) фарш дополнительно рекомендуется измельчать в гомогенизаторе.

Пробу печени морских млекопитающих массой I00 - 200 г измельчают на мясорубке, тщательно перемешивают и в случае необходимости дополнительно измельчают в гомогенизаторе.

Жирную печень рыб (например, печень трески и др.) предварительному измельчению не подвергают.

Пробу жира разогревают до температуры, предусмотренной стандартом при определении прозрачности (+40 - +60 °С) в зависимости от вида жира, тщательно перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в чистую сухую пробирку (колбу) с притертой пробкой.

2.5.2. ИЗВЛЕЧЕНИЕ ПЕСТИЦИДОВ

2.5.2.I. Из сырья жирного и средней жирности

Навеску исследуемого образца массой I0 г (.содержание

xx) - наличие кожи указывается

жира в навеске не должно превышать I г; масса чистого жира не более I г)[xxx], взвешенную с погрешностью не более 0,0I г[xxxx], растирают по частям в чистой фарфоровой ступке, добавляя порциями безводный сернокислый натрий (в соотношении I + 4), до получения рассыпчатой массы, переносят ее в плоскодонную колбу с притертой пробкой, заливают в нее гексан или другой растворитель (ацетон, хлороформ, эфир петролейный и др.) в количестве в 2 раза большем по отношению к массе навески с сернокислым натрием и встряхивают в аппарате I ч. После этого смесь фильтруют в мерный цилиндр вместимостью I00 $см^3$ через воронку Бюхнера с бумажным фильтром, трижды промывают осадок растворителем и доводят до фиксируемого объема. Отгонку растворителя производят под вакуумом (800 мм ртутного столба).

2.5.2.2. Из тощего сырья (менее 3% жира)

При исследовании тощего сырья морских животных (рыба, млекопитающие, беспозвоночные) экстракцию липидов проводят следующим образом: I0 - 25 г измельченного образца (рекомендуется измельчение навески производить в гомогенизаторе) тщательно перетирают с сернокислым натрием (до получения рассыпчатой массы) и трижды экстрагируют петролейным эфиром или гексаном (порциями, из расчета трех объемов на I весовую часть). Экстракты собирают в делительную воронку, промывают 3 раза 2%-ным раствором сернокислого натрия порциями по 40 $см^3$. Промытый экстракт сушат над безводным сернокислым натрием, переносят в мерный цилиндр и доводят объем до 80 $см^3$.

2.5.2.3. Из сухих продуктов.

При исследовании сухих продуктов (рыбная кормовая мука, сухие белковые концентраты, водоросли и др.) экстракцию пестицидов проводят ацетоном трехкратно, нагревая смесь до закипания растворителя. Экстракты объединяют, ацетон отгоняют на ротационном испарителе, а остаток растворяют в гексане.

Для выделения пестицидов из липидов в стеклянную колонку

---

xxx) - при содержании жира в пробе более I г на колонку с силикагелем берется аликвотная часть экстракта липидов.

xxxx) - взвешивание жира проводят с погрешностью не более 0,00I г.

(450 х 20 мм) помещают около 500 мг обезжиренной ваты и насыпают 70 - 75 $см^3$ силикагеля АСКГ. Абсорбент уплотняют постукиванием деревянным молоточком, промывают 50 $см^3$ петролейного эфира (температура кипения +40 - + 70 ^{0}С) и отжимают с помощью резиновой груши.

На колонку вносят по 25 $см^3$ экстракта или раствора пестицидов в эфире подготовленных, как указано выше, дают жидкости стечь и снова абсорбент отжимают. Прошедший через колонку растворитель отбрасывают.

Пестициды элюируют в круглодонную отгонную колбу ротационного испарителя вместимостью 150 $см^3$ смесью бензола и петролейного эфира (30 + 80), которую вносят порциями по 20 - 30 $см^3$. Через 10 минут после стекания последней капли растворителя вновь отжимают абсорбент. Элюат концентрируют до 0,1 $см^3$. Концентрированный элюат переносят гексаном в мерную пробирку, ополаскивая отгонную колбу не менее трех раз небольшим количеством гексана, и доводят объем до 5 или 10 $см^3$.

2.5.3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Из пробирки микрошприцем, тщательно промытым гексаном, отбирают 5 мкл раствора пестицидов и вводят их в колонку газового хроматографа, предварительно подготовленного к работе. Получают хроматографическую запись.

В случае возникновения сомнения, что в исследуемом образце присутствуют полихлорированные бифенилы, дальнейшие исследования проводят в соответствии с методическими указаниями № 1792 по определению хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов при их совместном присутствии в объектах внешней среды, утвержденных 18 ноября 1977 года.

2.6 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание хлорорганических пестицидов X в пробе (мг/кг) вычисляют по формуле

$$X = \frac{h \times C \times V}{h_1 \times V_1 \times m},$$

где h - высота пика пробы, см;

h_1 – высота пика стандартного раствора, см;

C – количество пестицидов, введенное в хроматограф со стандартным раствором, нг (см. таблицу 2);

V – общий объем рабочей пробы раствора пестицидов, $см^3$;

V_1 – объем раствора пестицидов рабочей пробы, взятой для анализа, мкл;

m – масса навески исследуемого образца, г (при взятии аликвотной части экстракта липидов масса навески должна быть уменьшена соответственно кратности аликвотной части);

2.7 . ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Необходимо соблюдать требования по технике безопасности, принятые при работе с органическими растворителями.

3. АВТОРЫ

Настоящие методические указания подготовлены сотрудниками Всесоюзного научно-исследовательского института морского рыбного хозяйства и океанографии (ВНИРО) заведующим лабораторией технохимического контроля производства рыбных продуктов кандидатом технических наук Головиным Анатолием Никифоровичем и младшим научным сотрудником Конищевой Еленой Николаевной.

Таблица I

Метрологическая характеристика метода определения хлорорганических пестицидов газо-жидкостной хроматографией при $n = 5$, доверительной вероятности $\alpha = 0,95$

Препарат	Предел обнаружения, мг/кг	Среднее значение определения, %	Средняя квадратичная ошибка единичного измерения, S_n	Средняя квадратичная ошибка среднего арифметич., $S_{\bar{x}}$	Коэффициент вариации единичного измерения, %	Доверительный интервал % W	Относительная погрешность измерения, % Δx
Альфа-ГХЦГ	0,003	85,50	2,85	I,08	3,90	3,00	4,90
Гамма-ГХЦГ	0,002	62,60	6,88	3,08	I0,99	8,56	I3,67
ДДЭ	0,009	82,00	8,I2	3,63	9,9I	I0,09	I2,30
ДДТ	0,020	70,25	5,85	2,92	8,33	8,I2	II,56
ДДЭ	0,007	69,60	8,I7	3,66	II,74	I0,I7	I4,6I

Таблица 2

СОДЕРЖАНИЕ ПЕСТИЦИДОВ В СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРАХ, нг

Номер раствора	Объем, мкл	СОДЕРЖАНИЕ				
		альфа - ГХЦГ	гамма-ГХЦГ	ДДЭ	ДДД	ДДТ
I	5	0,I50	0,I00	0,350	0,450	I,000
	4	0,I20	0,080	0,280	0,360	0,800
	3	0,090	0,060	0,2I0	0,270	0,600
2	5	0,I05	0,070	0,245	0,3I5	0,700
	4	0,084	0,056	0,I86	0,252	0,560
	3	0,068	0,042	0,I47	0,I80	0,420
3	5	0,075	0,050	0,I75	0,225	0,500
	4	0,060	0,040	0,I40	0,I80	0,400
	3	0,045	0,030	0,I05	0,I35	0,300
4	5	0,045	0,030	0,I05	0,I35	0,300
	4	0,036	0,024	0,084	0,I08	0,240
	3	0,027	0,0I8	0,063	0,08I	0,I80
5	5	0,0I5	0,0I0	0,035	0,045	0,I00

С О Д Е Р Ж А Н И Е

ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

Стр.

I. Временные методические указания указания по определению ХОП (ДДТ, ДДЭ, ДДД, -ГХЦГ) в рыбе и рыбной продукции методом газожидкостной хроматографии. I

2. Методические указания по определению ХОП и симтриазиновых пестицидов при их совместном присутствии в почве с помощью ГЖХ. I2

3. Временные методические указания по определению остаточных количеств митрана в воде, сливах и блоках методом ТСХ. 23

ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению афоса в воздухе рабочей зоны методами ГЖХ и ТСХ. 29

2. Временные методические указания по определению бомстара в ботве и клубнях картофеля, листьях и стеблях хлопчатника, капусте, почве и воде ТСХ и ГЖХ. 36

3. Методические указания по определению глифосата и его метаболита- аминометилфосфоновой кислоты методом хроматографии в воде, почве, растительном материале. 46

4. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбана в воде, почве, лесной растительности и биосредах методом ТСХ. 54

5. Временные методические указания по определению каунтора в растениях сахарной свеклы и почве методом ТСХ. 6I

6. Методические указания по определению метилмеркаптофоса в воде, почве, винограде и зеленой массе хмеля ГЖХ и ТСХ. 67

7. Временные методические указания по определению офунака методами ГЖХ и ТСХ в почве, растениях, воде водоемов. 76

8. Временные методические указания по определению протиофоса в растительном материале, почве и воде методами ГЖХ и ТСХ. 82

9. Временные методические указания по определению селекрона в растительной продукции, почве и воде ТСХ и ГЖХ. 91

10. Временные методические указания по определению хлорофоса энзимно-хроматографическим методом в листьях белладонны и траве мяты перечной. 98

11. Методические указания по определению в зерне и продуктах его переработки ФОП, применяемых для обеззараживания зерна и зернохранилищ, хроматографическими методами. 105

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению остаточных количеств акрекса, диносеба, каратана, ДНОКа в воде, почве и растительном материале хроматографическими методами. 119

2. Временные методические указания по определению байгона методом ГЖХ в молоке. 138

3. Временные методические указания по определению барнона в воде, почве, растениях методом ГЖХ. 148

4. Методические указания по определению кронетона в воде,почве,корнеклубнеплодах и растительном материале ТСХ. 154

5. Временные методические указания по определению ридомила методом хроматографии в воде,почве,растительном материале. 160

6. Временные методические указания по определению ровраля методом ТСХ в воде,почве,томатах,картофеле,винограде,виноградном соке и вине. 168

7. Временные методические указания ронилана в растительной продукции,почве и воде ТСХ и ГЖХ. 175

8. Временные методические указания по определению эвисекта в растительной продукции,почве и в воде ТСХ. 182

9. Временные методические указания по определению этиримола в растительной продукции,почве и воде ТСХ. 188

ПРОЧИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению гранилбутирата методом ГЖХ и ТСХ в почве,воде,корнеплодах и листьях сахарной свеклы. 195

2. Временные методические указания по определению бромпропилата(неорона) в яблоках и цитрусовых методом газовой хроматографии. 206

3. Временные методические указания по определению иллоксана в воде и почве методом ГЖХ. 211

4. Временные методические указания по хроматографическому определению изатрина в почве и воде. 217

5. Временные методические указания по определению омайта методами ГЖХ и ТСХ в почве, в воде и растениях. 224

6. Методические указания по определению хлората магния в почве, воде, растениях (подсолнечнике, луке) и в воздухе полярографическим и хроматографическим (ТСХ) методами. 230

7. Временные методические указания по определению остаточных количеств некоторых аналогов ювенильного гормона (алтосида, алтозара и п-бромфенилового эфира гераниола) в растениях картофеля и почве методами ТСХ и ГЖХ. 247

Дополнения 258

М- 71958 от 20.I.83г Тираж 2000 экз., заказ № 1873
Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru