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 XV-я

Москва — 1984 г.

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

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 - 1984 г

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 д.б.н. М.А.Клисенко).

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

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ
Л.Г.Александрова, Д.Е.Тиренко, С.В.Лопатко (секретарь),
М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, В.Е.Кривенчук,
М.В.Письменная (зам.председателя), Г.А.Хохолькова.

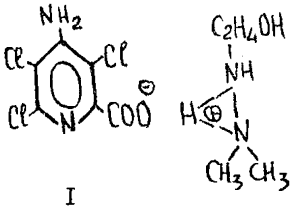
"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного
Государственного санитарного
врача СССР
А.И.Заиченко
"24" августа 1983 г.№
№ 2844-83

# ВРЕМЕННЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

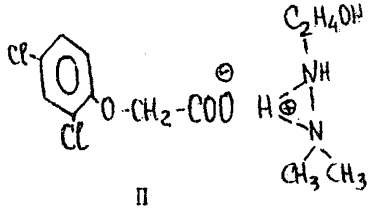
## на определение остаточных количеств сангора в воде, почве и в растительных объектах методом газо-жидкостной хроматографии

### I. Краткая характеристика препарата.

Препарат сангор представляет смесь *N*-оксиэтилдиметилгидразиновой соли пиклорама (I) и *N*-оксиэтилдиметилгидразиновой соли 2,4-Д (II).



I



II

Внешний вид препарата – однородная жидкость темнокоричневого цвета с температурой вспышки не более 100°С, кинематической вязкостью $1,0 \cdot 10^{-4}$ м$^2$/с, поверхностным натяжением $32 \cdot 10^{-3}$ н/м и плотностью при 20°С – $1,21 \cdot 10^{3}$ м$^2$/с. Содержание *N*-оксиэтилдиметилгидразиновой соли пиклорама в пересчете на пиклорам – 7,6%; содержание *N*-оксиэтилдиметилгидразиновой соли 2,4-Д в пересчете на дихлорфеноксиуксусную кислоту – 20,4%. $ЛД_{50}$ сангора при пероральном введении для крыс 4700±687 мг/кг, для мышей 2370±439 мг/кг.

Препарат сангор рекомендуется в качестве гербицида для борь-

бы с горчаком и другими, [illegible], устойчивыми к 2,4-Д двудольными сорняками в посевах кукурузы.

## 2. Методика определения сангора

### 2.I. Основные положения.

#### 2.I.I. Принцип метода.

Метод основан на извлечении действующих начал из измельченной растительной пробы, зерна, почвы или воды экстракцией: из почвы - водно-ацетоновой смесью (I:I), подкисленной щавелевой кислотой; из растительных проб (кроме зерна) - смесью ацетон-хлороформ (I:3); из зерна - ацетоном. Далее вещества из первичных экстрактов подвергают переэкстракции в органический растворитель, вторичные экстракты высушивают и проводят метилирование диазометаном; пиклорам и 2,4-Д определяют в виде метиловых эфиров на газовом хроматографе с детектором по захвату электронов. В случае растительной массы и зерна перед стадией метилирования проводят дополнительную очистку экстрактов в тонком слое силикагеля на силуфоловых пластинках.

#### 2.I.2. Избирательность метода

Пиклорам и 2,4-Д при совместном присутствии не мешают друг другу при определении их в почве, воде, растительном материале, в том числе зерне.

2.I.3. Метрологическая характеристика метода

| Анализируемый компонент препарата | Предел обнаружения, мг/кг | Число параллельных определений | Размах варьирования, R % | Среднее значение определений, $\bar{c}$ % | Стандартное отклонение, S % | Относительное отклонение, $S_r$ % | Доверительный предел при P=0,95 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | ВОДА | | | | |
| 2,4-Д | 0,005 | 5 | 89-98 | 92,6 | 3,6 | 3,9 | ± 3,4 |
| пиклорам | 0,001 | 5 | 87-99 | 94,2 | 4,8 | 5,I | ±4,5 |
| | | | ПОЧВА | | | | |
| 2,4-Д | 0,015 | 5 | 82-92 | 87,6 | 3,8 | 4,3 | ±3,6 |
| пиклорам | 0,005 | 5 | 86-97 | 9I,6 | 4,6 | 5,0 | ±4,4 |
| | | | ЗЕРНО | | | | |
| 2,4-Д | 0,03 | 3 | 78-88 | 82,0 | 5,3 | 6,5 | ±I3,3 |
| пиклорам | 0,0I | 3 | 73-9I | 80,7 | 9,3 | II,5 | ±23,2 |
| | | | СОЛОМА | | | | |
| 2,4-Д | 0,I5 | 3 | 80-90 | 84,3 | 5,I | 6,0 | ± I2,5 |
| пиклорам | 0,05 | 3 | 70-78 | 73,7 | 4,8 | 6,5 | ± II,9 |

2.2. Реактивы и растворы.

Азот особой чистоты, Гост 9293-74

4-амино-3,5,6-трихлорпиколиновая кислота (пиклорам), х.ч.

Метиловый эфир 4-амино-3,5,6/трихлорпиколиновой кислоты, х.ч.

2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота (2,4-Д), х.ч.

Метиловый эфир 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты, х.ч.

Ацетон, ч.д.а., ГОСТ 2603-79, свежеперегнанный

Хлороформ, х.ч.,ТУ 6-09-4263-76

Метанол, х.ч., ГОСТ 6995-77, абсолютный

Эфир диэтиловый, ч.д.а. или медицинский (для наркоза), фармакопея X СССР, свежеперегнанный

н-Гексан, ч., ТУ 6-09-3375-78, свежеперегнанный

Кислота щавелевая, ч.д.а., ГОСТ 22180-76

Кислота уксусная ледяная, х.ч., ГОСТ 61-75

Кислота ортофосфорная, х.ч., ГОСТ 6552-80

Кислота соляная, ч.,ГОСТ 3118-77

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77

Бензол, х.ч., ГОСТ 5955-75

Магний сульфат, ч.д.а., ГОСТ 4523-77

Аммоний хлорид, х.ч., ГОСТ 3773-72

Аммиачная вода, ч.д.а., ГОСТ 3760-79

Серебра нитрат, ч.д.а., ГОСТ 1277-75

Натрия хлорид, ч.д.а., ГОСТ 4233-77

Калия перманганат, ч.д.а., ГОСТ 20490-75

Натрия сульфат, ч.д.а., ГОСТ 4166-76, обезвоженный

Натрия гидроокись, х.ч., ГОСТ 4328-77

Калия гидроокись, чда, ГОСТ 9286-78

Метиламин (25% водный р-р), ч., ТУ 6-09-2088-77

Натрия нитрит, ч.д.а., ГОСТ 4197-74

Мочевина, ч.д.а., ГОСТ 6691-77

Натрий сернистокислый, ч., ГОСТ 195-77

Диазометан - свежеполученный из нитрозометилмочевины в ходе анализа в виде эфирного раствора.

Пластинки силуфоловые, UV - 254 (ЧССР, ХЕМАПОЛ)

Проявляющий реактив - аммиакат серебра: 0,5 г. азотнокислого серебра помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и растворяют в 5 мл дважды дистиллированной воды, прибавляют 7 мл концентрированной аммиачной воды. Содержимое колбы перемешивают, доводят уровень раствора до метки ацетоном. Реактив хранят в темной склянке в течение 1 месяца.

Нитрозометилмочевина, свежеполученная: во взвешенную литровую круглодонную колбу помещают 200 г 24%-ного водного раствора метиламина и добавляют при охлаждении 155 мл концентрированной соляной кислоты до кислой реакции. Затем приливают такое количество воды, чтобы вес содержимого колбы достиг 500 г, после чего прибавляют 300 г мочевины. Содержимое колбы осторожно кипятят с обратным холодильником 2 часа 45 минут и далее энергично нагревают еще в течение 15 минут. Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры, растворяют в нем 110 г 95%-ного азотистокислого натрия и охлаждают до 0°С. В трехлитровом стакане готовят смесь: 600 г льда и 100 г концентрированной $H_2SO_4$, охлаждая содержимое стакана смесью льда и соли. В этот стакан при перемешивании приливают вышеупомянутый охлажденный раствор метилмочевины и нитрита натрия с такой скоростью, чтобы температура смеси не поднималась выше 0°С. Нитрозометилмочевина всплывает на поверхность в виде мелких кристаллов, которые немедленно отфильтровывают на воронке Бюхнера и тщательно отсасывают под вакуумом. Затем кристаллы на фильтре размешивают до образования пасты с 50 мл холодной дистиллированной воды, отсасывают и сушат в вакуумэксикаторе. Выход нитрозометилмочевины 105-115 г, что составляет 66-72% от теоретического.

Метилирующий реагент (диазометан в диэтиловом эфире) получают в день его использования. В сухую трехгорлую колбу помещают рассчитанное количество нитрозометилмочевины (1 г её достаточно для насыщения образующимся диазометаном 100 мл диэтилового эфира), приливают 5 мл дважды перегнанного диэтилового эфира и 6 мл метанола; смесь тщательно перемешивают стеклянной палочкой. К одному горлу колбы присоединяют обратный холодильник, охлаждаемый водой, к форштоссу холодильника - газоотводную трубку, другой конец которой опускают в колбу с дважды перегнанным диэтиловым эфиром; ко второму горлу присоединяют капельную воронку на 15 мл с

60%-ным раствором гидроокиси калия. Третье горло закрывают пробкой. Генератор готов к работе. В реакционную колбу осторожно по каплям добавляют щелочь, следя за тем, чтобы не происходило чрезмерно бурное выделение диазометана, что может привести к выбросу содержимого колбы. Реакцию проводят до прекращения выделения газа. Насыщенный раствор диазометана в диэтиловом эфире окрашен в желтый цвет.

Стандартные растворы метиловых эфиров 2,4-Д и пиклорама готовят растворением 10,6 мг каждого компонента в гексане в мерных колбах на 100 мл. Из этих растворов путем последовательного разбавления готовят калибровочные растворы метилового эфира 2,4-Д (0,1; 0,3; 0,6 мкг/мл) и метилового эфира пиклорама (0,05; 0,1; 0,2 мкг/мл) Срок хранения калибровочных растворов 1 месяц.

2.3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с детектором по захвату электронов "Цвет-106" или другой аналогичного типа.

Механический встряхиватель, ТУ 64-1-1081-73

Роторный испаритель, ИР-1М, ТУ 25-11-917-74

Вакуумный насос масляный, тип ВН-461-М или другой аналогичный

Мельница зерновая, МРП-1 или др. аналогичная

Ртутно-кварцевая лампа, ПРК-4, ТУ 3-1304-75

Колбонагреватель электрический, ТУ 92-275-76

Весы АДВ-200М, ВЛТК-500

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-77

Камера для обработки пластинок, ТУ 25-11-430-70

Водоструйный насос, ГОСТ 10696-75

Центрифуга лабораторная, тип ЦЛС-3

Баня водяная, ТУ 46-22-603-75

Микрошприцы МШ-1, МШ-10, ГОСТ 20292-74

Секундомер

Генератор диазометана:

а) трехгорлая реакционная колба на 50 мл с притертыми шлифами;

б) холодильник обратчый (Либиха);

в) воронка капельная (шлиф № I4);

г) газоотводная трубка.

Колбы конические плоскодонные (Эрленмейера) на I00 мл с притертыми пробками (шлиф № 29) КПШ-I00-29/32, ГОСТ I0394-72

Колбы Эрленмейера на I00 мл без шлифов, КПШ-I00, ГОСТ I0394-72

Воронки для фильтрования стеклянные, ГОСТ 9775-77

Воронки делительные на I00 мл, ГОСТ 8613-75

Концентраторы (грушевидные колбы на I00 мл) на шлифах (№№ I4 и I9), КГУ-I00-I4/I9, ТС, ГОСТ I0394-72

Пробирки градуированные с притертыми пробками на 20 мл

Пипетки Мора на I, 5 и I0 мл

Пипетки мерные на 0,I; I,0; 5,0 мл, ГОСТ 20291-74

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9I47-73

Колба Бунзена на I л, ГОСТ 65I4-75

Колба круглодонная на I л (шлиф № 29), ККШ-I000-29/32, ТС, ГОСТ I0394-72

Стакан стеклянный на 2 л, ГОСТ I0390-72

Холодильник обратный (шлиф № 29), ГОСТ 9499-70

Колбы мерные на 25, 50, I00 мл, ГОСТ I770-74

Фильтры бумажные (красная лента), ТУ 6-09-I706-78

Универсальная индикаторная бумага.

### 2.4. Ход анализа

#### 2.4.I. Отбор проб

Отбор проб производится в соответствии с "Унифицированными правилами отбора проб сельскохозяйственной продукции, продуктов питания, объектов окружающей среды для определения микроколичеств пестицидов," утвержденными Заместителем Главного Государственного санитарного врача СССР 2I.08.I979 за № 2051-79

## 2.4.2. Подготовка образцов для ГЖХ-анализа

### Почва

20 г воздушно сухой и просеянной через I мм сито почвы помещают в плоскодонную колбу на 100 мл, приливают 40 мл смеси ацетон-вода (I:I), подкисленную 0,I н щавелевой кислотой до pH 2. Для полноты экстракции полученную суспензию тщательно перемешивают на механическом встряхивателе в течение I часа. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр (красная лента), твердый осадок отбрасывают, а аликвоту (20 мл) переносят в делительную воронку на 100 мл, сюда же приливают 20 мл дистиллированной воды и 30 мл хлороформа. Смесь встряхивают в течение 2-х минут. Переэкстракцию такими же объемами хлороформа дважды повторяют. Объединенный [illegible] экстракт сушат безводным сульфатом натрия, сливают в концентратор. Осушитель промывают двумя порциями хлороформа по I0 мл.
Промывки присоединяют к основному экстракту в концентраторе, упаривают хлороформ на роторном испарителе досуха и остаток метилируют.

Пиклорам и 2,4-Д метилируют насыщенным раствором диазометана в диэтиловом эфире. Для этого сухой остаток, полученный из хлороформного экстракта, растворяют в I0 мл эфирного раствора диазометана и раствор оставляют на 5 мин при комнатной температуре. После этого реакционную смесь упаривают на роторном испарителе досуха, сухой остаток растворяют в 5 мл н-гексана. Проба готова для проведения хроматографирования на ГЖХ.

### Вода

Пробу воды (40 мл), подкисленную концентрированной серной кислотой до pH I÷I,5, помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом (по 30 мл). Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, который после отделения экстракта промывают двумя I0 мл порциями хлороформа. Обезвоженный экстракт и две

хлороформенные промывки собирают в концентратор, упаривают на роторном испарителе досуха и остаток метилируют аналогично вышеописанному.

Зерно

5 г пробы зерна помещают в коническую колбу на 150 мл и экстрагируют дважды ацетоном (по 20 мл) и один раз водно-ацетоновым (1:1) раствором (20 мл), встряхивая в течение 15 мин. Объединенный экстракт фильтруют, ацетон отгоняют на ротационном испарителе при температуре 30°С и остаточном давлении ~ 0,4 мм рт.ст.

К водному остатку приливают 5 мл 10%-ного хлористого аммония, раствор нагревают в течение 10 мин на водяной бане при 80°С. В горячий раствор добавляют 0,1 г сернокислого магния. Смесь охлаждают и отфильтровывают, после чего подкисляют концентрированной соляной кислотой до pH 1÷1,5 и проводят завершающую экстракцию диэтиловым эфиром 2 раза по 10 мл. Органический слой отделяют, концентрируют до минимального объема (0,05 мл) и количественно наносят на силуфоловую пластинку на расстоянии 1,5 см от края при помощи микрошприца. Нанесение осуществляют постепенно с обдувом воздухом в одну точку так, чтобы диаметр подсушиваемого пятна не превышал 5 мм. Справа от пробы наносят 0,05 мл приготовленного стандартного раствора "свидетеля" - кислот пиклорама и 2,4-Д (1:3) в ацетоне. Пластинку с нанесенными пятнами помещают в камеру для хроматографирования с подвижной системой растворителей бензол-уксусная кислота (5:1). После того, как фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают и сушат на воздухе. Затем проводят опрыскивание проявляющим реактивом аммиаката серебра. После подсушивания пластинку выдерживают под кварцевой лампой в течение 5 мин. При наличии в пробе остатков сангора на пластинке проявляются:

- темно-коричневое пятно пиклорама ( $R_f$ = 0,3±0,1) и темно-коричневое пятно 2,4-Д ( $R_f$ = 0,6±0,2), расположенные на одинаковом уровне и аналогичные по цвету пятнам стандартного раствора.

Для количественного определения гербицидов в навеске образца и стандартной пробе проводят элюирование хроматографируемых соединений с пластинки: снимают зоны пятен пиклорама и 2,4-Д с пластинки в пробирку и элюируют 3 раза (по 2 мл) смесью метанол-эфир (I:I). После каждого элюирования элюат центрифугируют в течение 5 мин при 6000 об/мин. Твердый осадок отбрасывают, а надосадочную жидкость упаривают досуха. Остаток метилируют аналогично описанному выше и аликвоту образца вводят в инжектор хроматографа.

Солома

2 г пробы помещают в коническую колбу на 150 мл и добавляют 10 мл 3%-ной ортофосфорной кислоты. После тщательного перемешивания приливают 40 мл дистиллированной воды и смесь встряхивают в течение 30 мин с тремя порциями по 30 мл смеси ацетона и хлороформа (I:3). Объединенный экстракт фильтруют, отделяют и отбрасывают верхний водный слой, а аликвоту органического слоя промывают тремя порциями по 10 мл дистиллированной воды. Промытую аликвоту дважды экстрагируют 0,05н NaOH (по 15 мл), каждый раз энергично встряхивая в течение 10 минут. Объединенный щелочной экстракт встряхивают 15 минут с 20 мл хлороформа. После отделения органический слой отбрасывают, а щелочной экстракт подкисляют концентрированной HCl до pH I÷I,5 и дважды экстрагируют эфиром порциями по 10 мл. Эфирный экстракт упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 0,5 мл раствора эфир-метанол (I:I) и количественно наносят на силуфоловую пластинку, дальнейшие операции аналогичны вышеописанным для зерна.

2.4.3. Проведение хроматографирования на ГЖХ.

Хроматограф "Цвет-106" с детектором постоянной скорости рекомбинации электронов. Рабочая шкала электрометра - $20 \cdot 10^{-12}$а. Скорость движения ленты самописца - 240 мм/час.

Колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний диаметр 2 мм. Носитель - хроматон N-AW-DMCS 80-100 меш, неподвижная фаза - 3% SE -30.

Температура колонки 160°С, детектора 250°С, испарителя 230°С.

Скорость газов: газа-носителя (азот особой чистоты) - 40 мл/мин, для продувки детектора - 150 мл/мин.

Объем пробы, вводимой в испаритель - 3 мкл.

Линейность детектирования соблюдается в пределах: 0,02-1,2 нг для метилового эфира пиклорама и 0,07-1,8 нг для метилового эфира 2,4-Д

Абсолютное время удерживания метилового эфира 2,4-Д и метилового эфира пиклорама составляют 1 мин 6 с и 2 мин 47 с соответственно. При таких условиях хроматографирования удается определить пиклорам в почве в дозах не ниже 0,05 мг/кг и 2,4-Д - 0,15 мг/кг, а в воде - до нижних пределов (0,001 мг/л и 0,005 мг/л соответственно для пиклорама и 2,4-Д). Нижний предел определения пиклорама (0,005 мг/кг) и 2,4-Д (0,015 мг/кг) в почве достигается при следующих условиях хроматографирования:

- рабочая шкала электрометра - $20 \cdot 10^{-12}$ а;
- скорость движения ленты самописца - 240 мм/час;
- колонка стеклянная, спиральная, длина 2 м, внутренний ∅ 2 мм;
- носитель хроматон N-AW-DMCS 80-100 меш;
- неподвижная фаза OV-225, 3%;
- температура колонки 180°С, детектора 250°С, испарителя 230°С;
- скорость газа-носителя (азот особой чистоты) - 40 мл/мин;
- для продувки детектора - 150 мл/мин;
- объем вводимой пробы - 3 мкл;
- абсолютное время удерживания метилового эфира 2,4-Д - 1 мин. 45 с , метилового эфира пиклорама - 11 мин 22 с.

Обработка результатов анализа

Содержание пиклорама и 2,4-Д рассчитывают методом абсолютной калибровки по формуле для каждого гербицида в отдельности:

$$X = \frac{A \cdot V_0}{H \cdot V_1}$$ , где

$X$ - содержание гербицида в пробе, мг/кг (мг/л);

$A$ - содержание гербицида в анализируемом образце, введенное в хроматограф и найденное по калибровочному графику, нг;

$V_0$ - общий объем экстракта из образца, мл;

$V_1$ - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл;

$H$ - навеска анализируемого образца, г, мл.

Для оценки содержания сангора (по д.в.) в различных объектах полученные данные по пиклораму и 2,4-Д необходимо суммировать и сравнивать с ДОК для сангора.

## 2.5. Требования техники безопасности

Во избежание взрыва или возгорания используемый в анализе диэтиловый эфир необходимо очищать от перекисей и вести перегонку на горячей водяной бане с исключением открытого огня или раскаленных нагревательных элементов.

Настоящие методические указания разработаны Бондаревым В.С., Талалакиной Т.Н., Спиридоновым Ю.Н., Шестаковым В.Г., Раскиным М.С. ВНИИ фитопатологии;

Кирюхиной Н.Н. - НИИ сельского хозяйства Юго-Востока.

# СОДЕРЖАНИЕ

## ГАЛОИДОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ


стр

1. Временные методические указания по газохроматографическому определению альфа-3 в почве, воде и растительном материале I
2. Временные методические указания по определению даконила в растительной продукции, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией 8
3. Временные методические указания по определению дактала в эфирных маслах методом газожидкостной хроматографии I4
4. Методические указания по определению остаточных количеств далапона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах методом тонкослойной хроматографией I9
5. Методические указания по определению ДД и ДДЭ в почве методом газожидкостной хроматографии 27
6. Временные методические указания по фотоэлектроколориметрическому определению глифтора в органах и тканях животных 35
7. Методические указания по определению пентацина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина желтого. 43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корнеклубнеплодах, молоке, растениях, почве методом газожидкостной хроматографии. 52
9. Временные методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в мясе, органах и тканях животных хроматографическими методами 58
10. Методические указания по определению тиодана в растительных маслах методом газожидкостной хроматографии 65
11. Временные методические указания по определению остаточных количеств тотрила в луке зеленом, репчатом методом тонкослойной хроматографии 69

## ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос,ДДВФ,хостаквик,цианокс,циодрин) в почве хроматоэнзимным методом 74

## АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению бутилкантакса в почве,воде и растительном материале методом газожидкостной хроматографии 83
2. Временные методические указания по определению остаточных количеств дифенамида в почве, растениях и эфирных маслах методом газожидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дроппа методом хроматографии в тонком слое в волокнах, листьях,семенах хлопчатника и в почве 96
4. Временные методические указания по определению остаточных количеств картоцида (фитона) в картофеле,огурцах,томатах луке,свекле и воде методом тонкослойной хроматографии. 102
5. Временные методические указания по определению КН-77 в воде методом тонкослойной хроматографии 107
6. Временные методические указания по определению линурона и дипрониона в луке зеленом,репчатом методом тонкослойной хроматографии 113
7. Временные методические указания по определению метирама в растительных образцах (яблоках,огурцах, томатах) газохроматографическим методом 121
8. Временные методические указания по определению митака в растительном материале, почве, воде, органах, тканях и молоке животных методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 129
9. Временные методические указания по определению нимрода в почве,воде,огурцах методом тонкослойной хроматографии 136

10. Временные методические указания по определению роданида натрия в семенах подсолнечника и воде методом тонкослойной хроматографии. 144
11. Временные методические указания по определению рубигана в яблоках и огурцах хроматографическим методом 149
12. Временные методические указания по определению остаточных количеств сангора в воде,почве и в растительных объектах методом газожидкостной хроматографии 155
13. Временные методические указания по определению стомпа в воде,почве и растительных соъектах методами газожидкостной,тонкослойной хроматографии и УФ-спектрофотометрии 167
14. Временные методические указания по определению сумилекса в воде,почве,семенах подсолнечника и биосредах методом тонкослойной хроматографии 183
15. Временные методические указания по определению остаточных количеств суффикса в почве хроматографическими методами 193
16. Временные методические указания по определению ТИ-78 в клубнях картофеля и воде 199
17. Методические указания по определению остаточных количеств тачигарена в почве тонкослойной хроматографией 205
18. Временные методические указания по определению томилона в воде,почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / N,N -диметил-N-(3-хлорфенил)-гуанидина / в почве методом тонкослойной хроматографии 218
20. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурон,которан,монурон,диурон,арезин, линурон,паторан,малоран) в почве, растительном материале и овощах методом газожидкостной хроматографии 225
21. Методические указания по определению фенилмочевинных гербицидов (фенурона,которана,монурона,диурона,дикурана,дозанекса,тенорана,фалорана,арезина,линурона,паторана,малорана) в воде, почве,растительной массе,овощах методом тонкослойной хроматографии 254
22. Методические указания по хроматографическому определению фенмедифама (бетанала) в воде,почве,сахарной свекле и биологических средах 244

## ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

I. Временные методические указания по определению перопала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дициклогексилолова, циклогексилоловянная кислота) в воде, почве и растительном материале хроматографическим методом и неорганического олова в тех же средах спектрофотометрическим методом 263

## РАЗНОЕ

I. Методические указания . Общие требования к методикам измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 273

Л - 64298 от 200385, Тираж 2000 экз., Заказ № 1929

Типография ВАСХНИЛ

gost.e-ecolog.ru