

**ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ**

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

Часть 17-я

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

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

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

Часть 17-я

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

Москва - 1988г .

Настоящие методические указания предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и научно-исследовательских учреждений Минздрава СССР, а также ветеринарных, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Агропрома 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 Госагропрома СССР

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

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренкс, А.А.Килинина (зам.председателя), М.А.Клисенко (председатель), Г.И.Короткова, М.В.Письменная, Г.А.Хохолькова, В.Е.Кривенчук.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного  
санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

" 31 " июля 1984г.

№ 3072-84

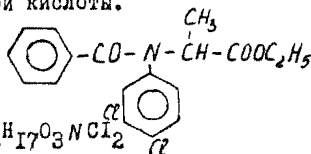
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ КАРАХОЛА И  
ЕГО МЕТАБОЛИТА БЕНЗОИЛПРОПКИСЛОТЫ В ПОЧВЕ МЕТОДОМ  
ГАЗОЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ.

I. Краткая характеристика вещества.

Карахол.

Химическое название: этиловый эфир *N*-бензоил-*N*-(3,4-дихлорфенил)-2-аминопропионовой кислоты.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: C<sub>18</sub>H<sub>17</sub>O<sub>3</sub>NCl<sub>2</sub>

Молекулярная масса 266,26

Синонимы: сульфидс, бензоилпропатил

Физико-химические свойства: белые кристаллы с Т.плавления 70-71<sup>0</sup>С. Практически нерастворим в воде. Растворимость в органических растворителях (% масса/объем): в этаноле 10, метаноле 20, ацетоне 70, толуоле 15.

Препарат мало токсичен для теплокровных животных и человека. LD<sub>50</sub>=1550 мг/кг (для крыс).

ВДУ карахола в продуктах питания 0,01 мг/кг.

Выпускается в форме 40%-ного концентрата эмульсии. Применяется в качестве гербицида против овсяга в посевах зерновых культур.

Бензоилпропикислота (БПК).

Химическое название: *N*-бензоил-*N*-(3,4-дихлорфенил)-2-аминопропионсвая кислота.

БПК- белое кристаллическое вещество. Хорошо растворима в этаноле, толуоле, диэтиловом эфире. Является естественным метаболитом карахола в окружающей среде.

2. Методика определения карахола и БПК.

2.1. Основные положения.

2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на экстракции карахола и БПК из почвы смесью воды и ацетона, очистке экстрактов и газохроматографическом определении анализируемых веществ (БПК в виде метилового эфира) с использованием детектора по захвату электронов. Количественное определение проводят по методу абсолютной калибровки с помощью калибровочного графика.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода.

Диапазон определяемых концентраций 0,01-0,20 мг/кг.

Предел обнаружения 0,0002 мг.

Предел обнаружения в почве 0,01 мг/кг.

Среднее значение определения стандартных количеств карахола 90,8%, БПК-76,9%.

Число параллельных определений  $n = 9$ .

Стандартное отклонение для карахола 9,7%, для БПК 4,4%.

Относительное стандартное отклонение для карахола 0,11, для БПК 0,06.

Доверительный интервал среднего при  $P=0,95$  и  $n-1$  составляет для карахола  $90,8 \pm 7,5\%$ , для БПК  $76,9 \pm 8,7\%$ .

### 2.1.3. Избирательность метода.

Определению не мешают пестициды ряда феноксиалканкарбоновых кислот (2, 4-Д, 2,4-ДП и др.).

### 2.2. Реактивы и материалы.

Карахол с содержанием основного вещества не менее 98,5%.

#### БПК.

10г карахола (д.в.) перемешивают с раствором едкого натра (12г) в воде (120мл) и метаноле (50мл) при 60°C в течение 3-х часов. Полученный раствор фильтруют, затем выпаривают, удаляя метанол и подкисляют. Образовавшийся осадок промывают водой и перекристаллизовывают из толуола. Тпл. 155-157°C.

Ацетон, чда, ГОСТ 2603-79.

Гексан, ч, ТУ 6-09-8375-78.

Натрий серноокислый безводный, хч, ГОСТ 4166-76.

Фосфорно-молибденовая кислота, хч, ТУ 6-09-3540-79, 40%-ный водный раствор.

Толуол, чда, ГОСТ 5789-78.

Эфир диэтиловый, хч, ГОСТ 6262-79

Кислота соляная, хч, ГОСТ 3118-77.

Калий гидроокись, ГОСТ 6-01-301-74.

Натр едкий, хч, ГОСТ 4328-77.

Натрий углекислый кислый, хч, ГОСТ 4201-79, 3%-ный водный раствор.

Метиламин, 25%-ный водный раствор, ТУ 6-09-2086-77.

Мочевина, ТУ 6691-77.

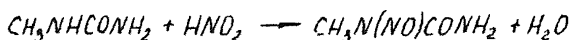
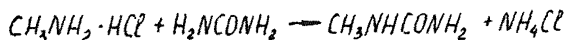
Азот особой чистоты газообразный, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Хроматов *N-Alw-DMCS* (фр, 0,20-0,25мм) с 5% силоксана ХЕ-60, пр-во ЧССР.

Нитрозометилмочевина.

Получение нитрозометилмочевины.

Схема реакции:



Во взвешенную литровую колбу наливают 200г 24%-ного водного раствора метиламина (примечание 1) и добавляют при охлаждении конц. соляную кислоту до кислой реакции на метилрот, на что требуется 155мл кислоты. Затем доливают столько воды, чтобы общий вес достиг 500г и прибавляют 300г мочевины, после чего раствор осторожно кипятят с обратным холодильником 2 часа 45 минут и энергично 15 минут.

Раствор охлаждают до комнатной температуры, растворяют в нём 110г 95%-ного азотистокислого натрия и охлаждают до 0°C. В трёхлитровом стакане готовят смесь 600г льда и 100г конц. серной кислоты, охлаждая стакан льдом и солью. К этому раствору при перемешивании приливают холодный раствор метилмочевины и нитрита с такой скоростью, чтобы температура не поднималась выше 0°C.

Нитрозометилмочевина всплывает на поверхность в виде кристаллического пенистого осадка, который немедленно отфильтровывают через воронку Бюхнера, хорошо отжимают. Кристаллы размешивают до образования пасты с 50мл холодной воды, отсасывают, отжимают и сушат в вакуум-эксикаторе до постоянного веса.

Выход 105-115г 66-72% от теоретического (примечание 2).

Примечания: 1. Метиламин применяется либо в виде водного раствора, либо в виде хлорид-гидрата.

2. Полученный таким образом продукт можно хранить в холодильнике длительное время.

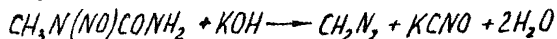
3. При температуре выше 20°C его не следует хранить более 1 часа. При температуре 30°C он мо-

жет неожиданно разложиться без взрыва, но с выделением паров.

### Диазометан.

Получение диазометана.

Схема реакции:



В круглодонную колбу на 100мл помещают 5мл 50%-ного водного раствора едкого кали и 10мл диэтилового эфира. Смесь охлаждают до 5°C, после чего при взбалтывании прибавляют 1г нитрозометилмочевины.

Колбу присоединяют к холодильнику, нижний конец которого снабжён отводом, проходящим через резиновую пробку и погружённым в слой эфира на дне приёмника. Приёмник охлаждают смесью льда и соли.

Реакционную колбу погружают в водяную баню, нагретую до 50°C. Эфир в колбе доводят до кипения. Время от времени содержимое колбы перемешивают.

Отгонку прекращают, как только дистиллят станет бесцветным.

Ни в коем случае не следует отгонять весь эфир!

### Метилирование проб.

К сухому остатку приливают небольшими порциями раствор диазометана в диэтиловом эфире до прекращения обесцвечивания. Затем взбалтывают и выпаривают на воздухе досуха.

## 2.3. Приборы, аппаратура и посуда.

Хроматограф серии "Цвет" с детектором постоянной скорости рекомбинации или любой аналогичный прибор с электромозахватным детектором.

Колонка стеклянная длиной 1,5м и внутренним диаметром 5мм.



Испаритель ротационный ИР-ИМ, ТУ 25-И-917-74.

Колбы мерные, цилиндры, мензурки ГОСТ 1770-74.

Колбы грушевидные для отгонки растворителя ёмкостью 100мл.

Стаканы химические ёмкостью 250мл ГОСТ 10894-72.

Колбы Эрленмейера со шлифом ёмкостью 250мл ГОСТ 10894-72.

Пипетки различной ёмкости ГОСТ 20232-74.

Пробирки градуированные со шлифом ГОСТ 10515-75 ёмкостью 5мл.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-81.

Воронки конусообразные d 56 ГОСТ 8613-75.

Воронки делительные ёмкостью 500-1000мл.

Колбы для фильтрования под вакуумом ГОСТ 6514-75.

Насос вакуумный, ГОСТ 10696-75.

#### 2.4. Подготовка к определению.

##### 2.4.1. Приготовление стандартных и калибровочных растворов и построение калибровочного графика.

Стандартный раствор карахола с концентрацией 0,2мг/мл готовят растворением навески 0,0100г в 50мл толуола.

Стандартный раствор БПК с концентрацией 0,2мг/мл готовят растворением навески 0,0100г в 50мл толуола.

Срок хранения растворов в холодильнике 1 месяц.

При построении калибровочного графика для определения карахола готовят 10 искусственных смесей: в пробирки с притёртыми пробками помещают 1; 2; 3; 4; 5; 10; 20; 30; 40мкл стандартного раствора карахола и доводят объём раствора в каждой пробирке до 2мл. Хроматографируют по 2мкл полученных растворов. Измеряют высоты пиков, соответствующих карахолу, и строят графики зависимости высоты в мм от количества карахола в мкг.

При построении калибровочного графика для определения БПК готовят 10 искусственных смесей: в пробирки с притёртыми пробками помещают по 1; 2; 3; 4; 5; 10; 15; 20; 30; 40мкл стандартного раствора БПК; метилируют БПК диазометаном, приливая его эфирный раствор

до прекращения исчезновения жёлтой окраски, затем испаряют до-суха содержимое пробирок и растворяют сухой остаток в каждой из пробирок в 2мл толуола. Хроматографируют по 2мл полученных растворов. Измеряют высоты пиков, соответствующих метиловому эфиру БПК, и строят график зависимости высоты в мм от количества БПК в мг.

#### 2.4.2. Подготовка насадки и кондиционирование колонки.

Взвешивают на технических весах силиоксам ХЕ-60 в количестве 5% от веса хроматона *N-AW-DMC5*, растворяют в хлороформе, всыпают в раствор хроматон и тщательно перемешивают в течение 15-20 мин. Затем выпаривают на водяной бане растворитель и насадку подсушивают в сушильном шкафу при 100°C в течение 2-х часов. Насадку засыпают в колонку, уплотняют, устанавливают колонку в термостат хроматографа и стабилизируют в токе азота особой чистоты при температуре 250°C в течение 8-10 час, не подключая к детектору.

#### 2.5. Отбор пробы.

Отбор пробы проводится в соответствии с "Правилами отбора проб для анализа пестицидов".

#### 2.6. Проведение определения.

10-20г почвы заливают 35мл ацетона и 15мл воды и встряхивают в течение часа. Затем почву отфильтровывают на воронке Бюхнера. Осадок промывают 5-10мл смеси ацетона с водой (7:8) и смыв присоединяют к фильтрату. Из фильтрата отгоняют ацетон с помощью ротационного испарителя, остаток разбавляют водой до объёма 30мл. Водный раствор переносят в делительную воронку и встряхивают с гексаном 3 раза (по 10мл) для экстракции карахола. Гексан собирают, промывают водой, сушат над безводным сернистым натрием и выпаривают до объёма 2мл (экстракт №1). Оставшуюся водную часть подкисляют 2мл соляной кислоты и для извлечения БПК встряхивают 3 раза с диэтиловым эфиром (25, 20, 10мл). Эфирные вытяжки собирают и встряхивают трижды с 3%-ным раствором гидрокарбоната натрия (по

20мл). Из содового раствора после его подкисления до pH 4+5 экстрагируют БПК диэтиловым эфиром (2 раза по 10мл). Эфирный экстракт сушат над сернистым натрием и выпаривают досуха. Пробу метилируют диазометаном, выпаривают досуха и растворяют в 2мл гексана (экстракт №2). Экстракт №1 анализируют на содержание карахола, экстракт №2 - метилового эфира БПК.

Экстракты №1 и №2 хроматографируют при следующих условиях:

- рабочая шкала электрометра  $10 \cdot 10^{-10} \text{a}$ ;
- рабочая шкала потенциометра 1мв;
- скорость протяжки картограммы 200мм/ч;
- колонок стеклянная размером 150x3см, заполненная хроматом *N-AW-DMCS* (фр. 0,20-0,25мм) с 5% силоксана XE-60;
- температура термостата ( $^{\circ}\text{C}$ ) колонок 223, испарителя 250, детектора 250;
- расход газа-носителя (мл/мин) через колонку 85, через продувочную камеру детектора 140;
- объем пробы, вводимый в испаритель, 2-3мл;
- линейность детектирования от 0,2 до 4 мкг;
- абсолютное время удерживания карахола 11мин 20сек, метилового эфира БПК 11мин:

Хроматографирование каждого экстракта проводят трижды, измеряют высоты пиков, вычисляют среднее значение высоты и по калибровочным графикам находят количество карахола и БПК в аликвоте экстракта.

#### 2.7. Обработка результатов анализа.

Содержание карахола и БПК в пробе (X) в мг/кг вычисляют по формуле:

$$X = \frac{100 \cdot A \cdot V_2}{V_1 \cdot P \cdot R}$$

где:  $A$  - количество карахола (или БПК), найденное в аликвоте экстракта по калибровочному графику, мг;

$V_1$  - объем аликвоты, вводимой в прибор, мкл;

$V_2$  - общий объем экстракта, мл;

$P$  - навеска анализируемой пробы, г;

$K$  - среднее значение определения стандартных количеств, найденное предварительно, %.

#### 8. Требования безопасности.

Соблюдать все необходимые требования безопасности при работе в химических лабораториях.

#### 4. Разработчики.

Пилецкова И.И., Фатьянова А.Д.

Всероссийский научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (ВНИТИГ), г.Уфа.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

стр.

Фосфорорганические пестициды

- |    |   |                            |    |
|----|---|----------------------------|----|
| I. | Временные методические указания по определению <u>актеллика</u> и <u>базудина</u> в чае с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии             | 22 мая 1985 г. №3888-85    | 3  |
| 2. | Временные методические указания по определению актеллика в биологическом материале хроматографическими методами (дополнение к №2085-79)                   | 21 ноября 1985 г. №4038-85 | II |
| 3. | Методические указания по определению дифоса (абата) в продуктах растениеводства методом тонкослойной хроматографии (дополнение к №1350-75 от 22.09.75 г.) | 22 мая 1985 г. №3886-85    | I9 |
| 4. | Методические указания по определению примипида в растительном материале и в почве с помощью тонкослойной и газожидкостной хроматографии                   | 21 ноября 1985 г. №4028-85 | 24 |
| 5. | Методические указания по определению сульфидофоса в мясе, молоке и кормах методом тонкослойной хроматографии  | 3 января 1985 г. №3198-85  | 33 |
| 6. | Методические указания по определению остаточных количеств <u>хлорофоса</u> в картофеле хроматоэнзимным методом (дополнение к №3185-85 от 03.01.85 г.)     | 22.05.85 г. №3895-85       | 39 |

стр.

Хлорорганические пестициды

7. Временные методические указания по определению блазера в воде, почве, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое  
27 ноября 1984 г. №3156-84 43
8. Временные методические указания по определению дилора в меде методом тонкослойной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3684-85 51
9. Временные методические указания по хроматографическому определению ДЦ в воде  
22 мая 1985 г. №3876-85 57
10. Временные методические указания по определению модауна в воде и почве газожидкостной хроматографией  
21 ноября 1985 г. №4030-85 60
11. Методические указания по определению тиодана и продуктов его превращения в воде хроматографическими методами  
21 ноября 1985 г. №4035-85 64
12. Временные методические указания по определению триаллата методом газожидкостной хроматографии в воде, почве и зерне пшеницы  
21 ноября 1985 г. №4032-85 73
13. Временные методические указания по определению методами ГЖ и ТСХ аналога ювенильного гормона п-хлорфенилового эфира гераниола в зерне пшеницы, почве, воде и зеленых листьях  
12 апреля 1985 г. №3254-85 81

стр.

14. Временные методические указания по определению остаточных количеств физзилада в свекле методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985 г. №3875-85 88
15. Временные методические указания по определению регулятора роста растений ЭБЭ-5 в воде, растительном материале методом ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4031-85 93
16. Методические указания по определению остаточных количеств хлорорганических пестицидов и продуктов их разложения (α-изомера ГХЦП, γ-изомера ГХЦП, гептахлора, альдрина, кельтана, ДДЭ, ДДД, ДДТ) в воде хроматографическими методами при совместном присутствии I июля 1986 г. №4120-86 99
- Азотсодержащие пестициды
17. Временные методические указания по определению ацетала в воде, почве, картофеле, зерне и зеленой массе кукурузы и сои методами ГХ и ТСХ  
21 ноября 1985 г. №4029-85 II3
18. Методические указания по определению дифенамида в воде в воде методом тонкослойной хроматографии  
21 ноября 1985 г. №4033-85 I23
19. Методические указания по определению карахола и его метаболита бензоилпропкислоты в почве методом газожидкостной хроматографии  
31 июля 1984 г. №3072-84 I27

стр.

20. Временные методические указания по определению лентаграна в растительной продукции, почве и воде ТСХ  
12.04.85 г. №3253-85 I36
21. Методические указания по определению монуро-на и диурона в чае методом газожидкостной хроматографии 3 января 1985 г. №3187-85 I42
22. Временные методические указания по определению набу в воде, почве, капусте, сое и зеленых листьях методом хроматографии в тонком слое 22 мая 1985 г. №3880-85 I48
23. Временные методические указания по определению раундапа в воде методом ТСХ (дополнение к №2434-81)  
21 ноября 1985 г. №4034-85 I56
24. Временные методические указания по определению соналена в воде, почве и зеленой массе сои хроматографическими методами  
3 января 1985 г. №3200-85 I62
25. Временные методические указания по определению соналена в маслах подсолнечника, репса и клещевины ГЖХ 22 мая 1985 г. №3894-85 I67
26. Временные методические указания по определению стомпа методом ГЖХ в табаке  
12 апреля 1985 г. №3252-85 I71
27. Методические указания по определению тилга в растениях, почве, воде методом газожидкост-



- ной хроматографии  
3 января 1985 г. № 3190-85 179
28. Методические указания по определению триадимифона (байлетона) методом ТСХ в воде  
22 мая 1985 г. № 3892-85 184
29. Методические указания по определению фенмедифама и десмедифама в воде природных водоемов ТСХ  
21 ноября 1985 г. № 4036-85 189
- Прочие пестициды
30. Временные методические указания по определению остаточных количеств арилона по бензолсульфонамиду в зернах хлопка, почве и воде тонкослойной хроматографией  
21 ноября 1985г. № 4057-85 196
31. Методические указания по определению гидразида малеиновой кислоты в табаке колориметрическим методом  
12 апреля 1985г. №3251-85 204
32. Методические указания по определению диметилсульфоксида и его метаболита диметилсульфона методом газожидкостной хроматографии в сахарной свекле, картофеле и зеленой массе  
28 мая 1986 г. № 4119-86 211
33. Временные методические указания по определению остаточных количеств препарата 320-К в зерне и воде тонкослойной хроматографией  
22 мая 1985 г. № 3890-85 217
34. Временные методические указания по определению ДРХ-4189 (ГЛИН) в воде, почве, растительном материале методом газожидкостной хроматографии  
22 мая 1985г. № 3885-85 225

Методические указания по определению пестицидов в воздухе

35. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетала и его продукта II-хлорметил-2-метил-6-этилхлорацетанилида в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4027-85 230
36. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций препаративной формы АКГ-80А-84 в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4025-85 235
37. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентраций смеси геранилгексаноата и геранилоктаноата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4024-85 239
38. Временные методические указания по газохроматографическому измерению концентрации геранилизовалерлата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4026-85 243
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,4-Д в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4122-86 247
40. Временные методические указания по определению дакталя в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом  
22 мая 1985 г. №3882-85 254
41. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации диметилсульфата в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4021-85 260

стр.

42. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций дозанекса, 3-хлор-4-метоксианилида, 3-хлор-4-метоксинитробензола в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4017-85 266
43. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций ивина в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4127-86 275
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ленапила в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4125-86 279
45. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций динурона в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4020-85 284
46. Временные методические указания по хроматографическому и газохроматографическому измерению концентраций донтрежа в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4016-85 288
47. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентраций метоксихлора, анизола и хлорала в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4022-85 298
48. Временные методические указания по фотометрическому и хроматографическому измерению концентраций милкала в воздухе рабочей зоны  
22 мая 1985 г. №3881-85 307

стр.

49. Временные методические указания по измерению концентрации в воздухе рабочей зоны хроматографическими методами  
22 мая 1985 г. №3887-85 315
50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации пентахлорнитробензола в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4041-85 322
51. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ресина в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4126-86 327
52. Временные методические указания по хроматографическому измерению концентрации ромулида в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4018-85 331
53. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций триадимефона (байлетона) в воздухе рабочей зоны  
22 мая 1985 г. №3893-85 335
54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций хостаквика в воздухе рабочей зоны  
1 июля 1986 г. №4124-86 340
55. Методические указания по хроматографическому измерению концентрации фозалона и полупродуктов его производства бензоксазолон и 3-оксиметил-6-хлорбензоксазолон в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. №4019-85 345

56. Временные методические указания по фотометрическому измерению концентрации препарата **ЭБФ-5** в воздухе рабочей зоны  
21 ноября 1985 г. № 4023-85 350
57. Методические указания по определению **лепидоцида** на обработанных им растениях иммунофлюоресцентным методом  
22 мая 1985 г. № 3891—85 355