

**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.**

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 био-препаратов 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 ИГиЛТИ им.Маршановского Е.И. и Лабораторным советом при Главном санитарно-эпидемиологическом управлении Минздрава СССР.

#### РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Л.Г.Александрова, Д.Б.Гиренко, **С.В.Донатко** (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.Зайченко

" 24 " августа 1983 г. №

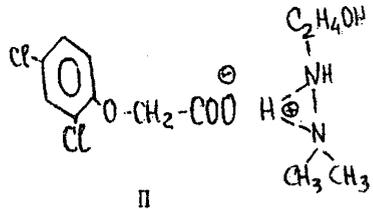
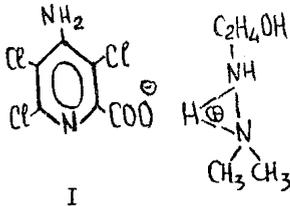
№ 2844-83

## 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).



Внешний вид препарата - однородная жидкость темнокоричневого цвета с температурой вспышки не более 100°C, кинематической вязкостью  $1,0 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$ , поверхностным натяжением  $32 \cdot 10^{-3} \text{ н/м}$  и плотностью при 20°C -  $1,21 \cdot 10^3 \text{ м}^2/\text{с}$ . 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<sub>50</sub> сангора при пероральном <sup>введении</sup> для крыс  $4700 \pm 687 \text{ мг/кг}$ , для мышей  $2370 \pm 439 \text{ мг/кг}$ .

Препарат сангор рекомендуется в качестве гербицида для борь-

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

## 2. Методика определения сангора

### 2.1. Основные положения.

#### 2.1.1. Принцип метода.

Метод основан на извлечении действующих начал из измельченной растительной пробы, зерна, почвы или воды экстракцией: из почвы - водно-ацетоновой смесью (1:1), подкисленной щавелевой кислотой; из растительных проб (кроме зерна) - смесью ацетон-хлороформ (1:3); 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 силифоловых пластинках.

#### 2.1.2. 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.

## 2.1.3. Метрологическая характеристика метода

Анализируемый компонент препарата	Предел обнаружения, мг/кг	Число параллельных определений	Размах варьирования, R %	Среднее значение, $\bar{x}$ %	Стандартное отклонение, S %	Относительное отклонение, $S_x$ %	Доверительный предел при $P=0,95$
<u>В О Д А</u>							
2,4-Д	0,005	5	89-98	92,6	3,6	3,9	$\pm 3,4$
пикlorам	0,001	5	87-99	94,2	4,8	5,1	$\pm 4,5$
<u>П О Ч В А</u>							
2,4-Д	0,015	5	82-92	87,6	3,8	4,3	$\pm 3,6$
пикlorам	0,005	5	86-97	91,6	4,6	5,0	$\pm 4,4$
<u>З Е Р Н О</u>							
2,4-Д	0,03	3	78-88	82,0	5,3	6,5	$\pm 3,3$
пикlorам	0,01	3	73-91	80,7	9,3	11,5	$\pm 3,2$
<u>С О Л О М А</u>							
2,4-Д	0,15	3	80-90	84,3	5,1	6,0	$\pm 12,5$
пикlorам	0,05	3	70-78	73,7	4,8	6,5	$\pm 11,9$

## 2.2. Реактивы и растворы.

Азот особой чистоты, Гост 9293-74

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

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

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

Метилловый 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

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

Кислота шавелевая, 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, ч.д.а., 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, ЦВ - 254 (СССР, 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°C. 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°C. 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 форштосу 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 закрывает 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-П-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, ВЛК-500

Камера для хроматографирования, ГОСТ 10565-77

Камера для обработки пластинок, ТУ 25-П-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 обратный (Либиха);
- в) воронка капельная (шлиф № 14);
- г) газоотводная трубка.

Колбы конические плоскодонные (Эрленмейера) на 100 мл с притертыми пробками (шлиф № 29) ККШ-100-29/32, ГОСТ 10394-72

Колбы Эрленмейера на 100 мл без шлифов, ККШ-100, ГОСТ 10394-72

Воронки для фильтрования стеклянные, ГОСТ 9775-77

Воронки делительные на 100 мл, ГОСТ 8613-75

Концентраторы (грушевидные колбы на 100 мл) на шлифах (№№ 14 и 19), КГУ-100-14/19, ТС, ГОСТ 10394-72

Пробирки градуированные с притертыми пробками на 20 мл

Пипетки Мора на 1, 5 и 10 мл

Пипетки мерные на 0,1; 1,0; 5,0 мл, ГОСТ 20291-74

Воронка Бюхнера, ГОСТ 9147-73

Колба Бунаена на 1 л, ГОСТ 6514-75

Колба круглодонная на 1 л (шлиф № 29), ККШ-1000-29/32, ТС, ГОСТ 10394-72

Стакан стеклянный на 2 л, ГОСТ 10390-72

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

Колбы мерные на 25, 50, 100 мл, ГОСТ 1770-74

Фильтры бумажные (красная лента), ТУ 6-09-1706-72

Универсальная индикаторная бумага.

#### 2.4. Ход анализа

##### 2.4.1. 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 21.08.1979 за № 251-79

## 2.4.2. Подготовка образцов для ГЖХ-анализа

Почва

20 г воздушно сухой и просеянной через 1 мм сито почвы помещают в плоскодонную колбу на 100 мл, приливают 40 мл смеси ацетон-вода (1:1), подкисленную 0,1 н плавцеловой кислотой до pH 2. Для полноты экстракции полученную суспензию тщательно перемешивают на механическом встряхивателе в течение 1 часа. Экстракт отфильтровывают через бумажный фильтр (красная лента), твердый осадок отбрасывают, а аликвоту (20 мл) переносят в делительную воронку на 100 мл, куда же приливают 20 мл дистиллированной воды и 30 мл хлороформа. Смесь встряхивают в течение 2-х минут. Через экстракцию такими же объемами хлороформа дважды повторяют. Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, сливают в концентратор. Сушитель промывают двумя порциями хлороформа по 10 мл. Промывки присоединяют к основному экстракту в концентраторе, упаривают хлороформ на роторном испарителе досуха и остаток метилируют.

Никлорам и 2,4-Д метилируют насыщенным раствором диазометана в диэтиловом эфире. Для этого сухой остаток, полученный из хлороформного экстракта, растворяют в 10 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 n-гексана. Проба готова для проведения хроматографирования на ГЖХ.

Вода

Пробу воды (40 мл), подкисленную концентрированной серной кислотой до pH 1+1,5, помещают в делительную воронку и трижды экстрагируют хлороформом (по 30 мл). Объединенный экстракт сушат безводным сульфатом натрия, который после отделения экстракта промывают двумя 10 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°C 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°C. 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 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 аммиака 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 ( $R_f = 0,3 \pm 0,1$ ) и темно-коричневое пятно 2,4-д ( $R_f = 0,6 \pm 0,2$ ), расположенные на одинаковом уровне и аналогичные по цвету пятнам стандартного раствора.

Для количественного определения гербицидов в навеске образца и стандартной пробе проводят <sup>Элифирование</sup> хроматографируемых соединений

с пластинки: снимают зоны пятен пиклорама и 2,4-Д с пластинки в пробирку и эливируют 3 раза (по 2 мл) смесью метанола-эфир (1:1). После каждого эливиования элват 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 (1:3). 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 1-1,5 и дважды экстрагируют эфиром порциями по 10 мл. Эфирный экстракт упаривают досуха, сухой остаток растворяют в 0,5 мл раствора эфир-метанол (1:1) 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 комбинации 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  $160^{\circ}\text{C}$ , детектора  $250^{\circ}\text{C}$ , испарителя  $230^{\circ}\text{C}$ .  
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 I мин 6 с и 2 мин 47 с соответственно. При таких условиях хроматографирования удастся 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  $\varnothing$  2 мм;
- носитель хроматон *N-AW-DMC* (80-100 меш);
- неподвижная фаза OV-225, 3%;
- температура колонки  $180^{\circ}\text{C}$ , детектора  $250^{\circ}\text{C}$ , испарителя  $230^{\circ}\text{C}$ ;
- 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 - I мин. 45 с, метилового эфира пиклорама - II мин 22 с.

#### Обработка результатов анализа

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

$$X = \frac{A \cdot V_0}{H \cdot V_i} \quad , \quad \text{где}$$

- $X$  - 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;

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

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

#### Требования 2.5. 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 М.Я., Шестаковым В.Г., Раскиным М.С.

ВНИИ фитопатологии;

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

## СОДЕРЖАНИЕ

## ГАМОИДОРГАНИЧЕСКИЕ 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	14
4. Методические указания по определению остаточных количеств далафона в воде, почве, моркови, винограде и в хлопковых семенах тонкослойной хроматографией	19
5. Методические указания по определению ДД и ДДБ 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 пентадина методом газожидкостной хроматографии в семенах и зеленой массе люпина <del>и люпина</del> .	43
8. Временные методические указания по определению сумицидина в корневых клубнеплодах, 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

## ФОСФОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (дифос, ДДВФ, хостаквик, цианокс, циодрин) в почве хромато-энзимным методом 74

## АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ПЕСТИЦИДЫ

1. Временные методические указания по определению бутылкап-такса 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 <sup>ДР 40 ДРС</sup> жидкостной хроматографией 90
3. Временные методические указания по определению дефолианта дронпа 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 лигурона и лирониона 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 моче 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 рубигина 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 объектах 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 томилола в воде, почве и растительном материале методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии 211
19. Временные методические указания по определению ФДН / К1, К1 -диметил-К1-(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 феномедифама (бетанала) в воде, почве, сахарной свекле и биологических средах 244

## ОЛОВООРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ

- I. Временные методические указания по определению перофала в яблоках и почве методом тонкослойной хроматографии 257
2. Временные методические указания по определению действующего вещества препарата пликтран и его метаболитов (окись дихлоргексилолова, циклогексилолованная 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 № 1020

---

Типография ВАСХНИЛ