

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

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

Справочное
издание

Под редакцией
доктора биологических наук М. А. КЛИСЕНКО



МОСКВА «КОЛОС» 1983

ББК 44

М54

УДК 632.95.028(031)

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

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

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

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

ББК 44
632

© Издательство «Колос», 1983

ПРЕДИСЛОВИЕ

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

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

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

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

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

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

Утверждаю
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А. И. Заиченко
18.11.1977 № 1792

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ПЕСТИЦИДОВ И ПОЛИХЛОРИРОВАННЫХ БИФЕНИЛОВ ПРИ ИХ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ОБЪЕКТАХ ВНЕШНЕЙ СРЕДЫ И БИОМАТЕРИАЛЕ *

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания хлорорганических пестицидов (ХОП) и полихлорированных бифенилов (ПХБ) при их совместном присутствии в объектах внешней среды (воде, почве) и биоматериале (рыбе).

Краткая характеристика препарата. Полихлорированные бифенилы (ПХБ), полихлорированные нафталины (ПХН) и полихлорированные

4. Содержание хлора в полихлорированных бифенилах

Пестицид	Среднее содержание хлора, %	Арохлоры	Хлофены	Канехлоры	Фенохлоры
ПХБ	32	1232	A-30	КС-200	ДР-4
	42	1242	A-40	КС-300	
	48	1248	A-50	КС-400	
	54	1254		КС-500	
	60	1260	A-60	КС-600	
ПХТ		и т. д.			ДР-6
		5442			
		5460			
ПХН		Галоваксы			
		1014			
		1099			

* Методические указания разработаны:

- 1) Ф. Р. Мельцер, К. Ф. Новиковой (ВНИИХСЗР);
- 2) В. Ф. Демченко, М. А. Клисенко, В. И. Кофановым (ВНИИГИНТОКС, ИКХХВ АН УССР);
- 3) Э. И. Бабкиной, Г. В. Миронюк, А. В. Дибцовой (ИЭМ).

терфенилы (ПХТ) не представляют собой индивидуальных веществ, а используются в промышленности для разных целей в виде смесей отдельных изомеров, характеризующихся различным содержанием хлора, имеющих определенные названия (табл. 4). Это маслообразные жидкости, вязкость которых увеличивается со степенью хлорирования.

В СССР известны смеси ПХБ с ПХН (совол) и ПХБ с трихлорбензолами (совтол).

В таблице 5 приведены физико-химические свойства разных марок арохлоров (ПХБ) и пара-изомера ДДТ. В связи с тем, что каждая марка (тип) ПХБ — это смесь отдельных веществ, на хроматограмме ПХБ регистрируются в виде набора пиков. В зависимости от разделительной способности колонки, ее длины и условий хроматографирования число этих пиков может достигать нескольких десятков.

5. Физико-химические свойства и состав ПХБ и ДДТ

Характеристика свойств	Марка арохлора				n, n'-ДДТ
	1224	1248	1254	1260	
Содержание компонентов хлорированных бифенилов, %:					
монохлор-	3	—	—	—	
дихлор-	13	2	—	—	
трихлор-	28	18	—	—	
тетрахлор-	30	40	11	—	
пентахлор-	22	36	49	12	
гексахлор-	—	4	34	38	
гептахлор-	—	—	6	41	
октахлор-	—	—	—	8	
нонахлор-	—	—	—	1	
Среднее количество хлора в молекуле	3,1	3,9	4,9	6,3	5,0
Средняя молекулярная масса	262	288	324	370	352
Растворимость в воде при 20°C, мкг/л	200	100	50	25	1,0—0,7
Давление пара, мм рт. ст.:					
при 20°C	$1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$3,6 \cdot 10^{-6}$	—	$1,5 \cdot 10^{-7}$
при 38°C	$1 \cdot 10^{-3}$	$3,7 \cdot 10^{-4}$	$6 \cdot 10^{-5}$	$2,7 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-5}$

Методика определения хлорорганических пестицидов и полихлорбифенилов при совместном присутствии в объектах внешней среды. Основные положения. Принцип метода. В основу метода положено использование различной устойчивости ПХБ и ХОП к действию щелочи в спиртовой среде, а также различного отношения ХОП и ПХБ к сорбенту — двуокиси кремния для люминофоров. При действии спиртовой щелочи при нагревании n, n'-ДДТ превращается в n, n'-ДДЭ; n, n'-ДДД — в соответствующий олефин; o, n'-ДДТ — в o, n'-ДДЭ и т. д., в то время как ПХБ остаются неизменными.

Таким образом, при сравнении хроматограмм экстрактов до обработки спиртовой щелочью и после обработки ее по разности высот соответствующих пиков определяют количество ПХБ и ХОП, а по оставшимся независимым от превращенных ХОП пикам (рис. 2, 3) определяют количество ПХБ.

После последующей обработки хромовым ангидридом в ледяной уксусной кислоте ХОП удаляют полностью (соответствующие олефины также), в то время как ПХБ остаются неизменными. Данный прием часто является един-

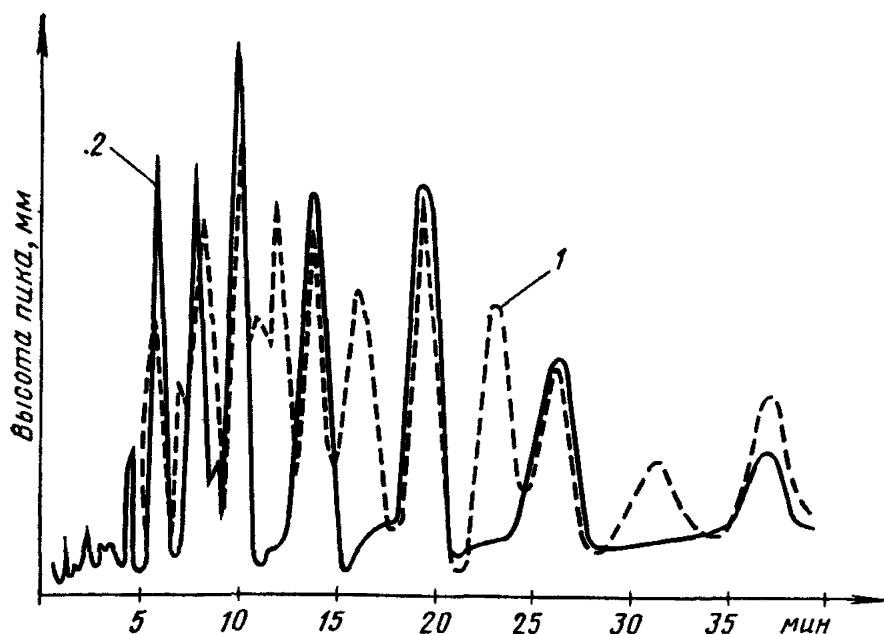


Рис. 2. Хроматограммы стандартного раствора:

1 — арохлора 5460 (ПХТ — полихлортерфенил), концентрация 0,1 мкг/мл, объем пробы 1,5 мкл; 2 — арохлора 1254.

ственно надежным способом идентификации и количественного определения

ПХБ, если речь идет о малохлорированных ПХБ, например ТХД или хлорене А-30 (арохлор 1232).

Метрологическая характеристика метода. Пределы обнаружения ХОП и ПХБ при совместном присутствии равны соответственно: в воде—0,01—0,06 и 0,30 мкг/л, в почве—0,2—6,0 и 30 мкг/кг, в рыбе—по 0,6 мкг/г рыбьего жира.

Среднее значение степени определения стандартных количеств препаратов из шести параллельных определений, %: в воде — 90 ± 5 , в почве — 80 ± 10 , в рыбе 75 ± 10 .

Реактивы и растворы. Для разделения на хроматографической колонке: гексан х. ч., ацетон х. ч., метилен хлористый, эфир петролейный (т. кип. 35—55°C), эфир диэтиловый. Все указанные растворители должны быть хроматогра-

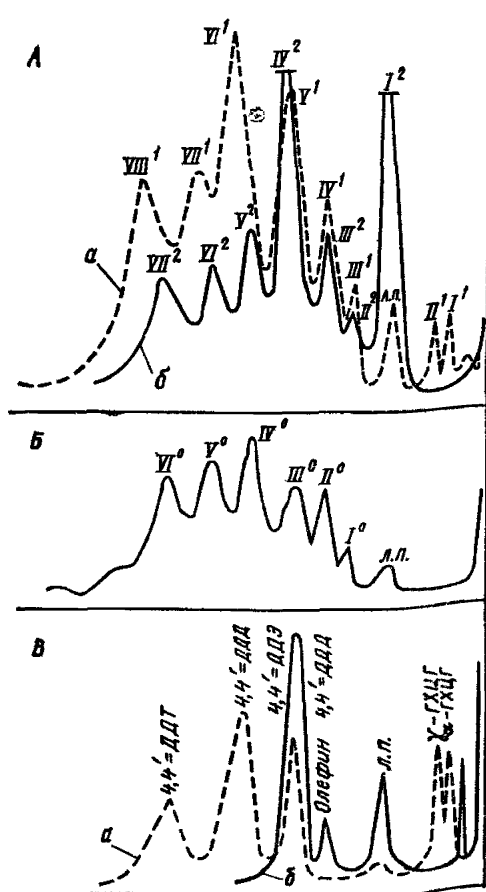


Рис. 3.

А — хроматограммы экстракта № 1 (а), экстракта № 2 (б); Б — хроматограмма стандартного раствора ПХБ (хлорофен А-50, 1 мкг/мл, объем пробы 2 мкл); В — хроматограммы стандартного раствора ХОП до дегидрохлорирования (а) и после дегидрохлорирования (б). Л. п. — «ложный» пик хроматографической системы.

фически чистыми. Для проверки чистоты 100 мл растворителя упаривают до 1—2 мл и 4—6 мкл полученного концентрата вводят в хроматограф. На хроматограмме не должно быть посторонних пиков.

Кремний (IV) — окись для люминофоров. Реактив просеивают через сито с отверстиями размером 0,2 мм (70—90 меш). 100 г сорбента помещают в фарфоровую чашку и в течение 7 ч выдерживают в сушильном шкафу при 130°C. Сорбент охлаждают в эксикаторе над P_2O_5 , после чего пересыпают в круглодонную колбу на 500 мл с притертой пробкой (колба № 1), которую хранят в эксикаторе без осушающего агента. В другую колбу (№ 2) быстро отвешивают 48 г охлажденного сорбента (из колбы № 1), затем с помощью пипетки очень аккуратно по стенкам колбы № 2 приливают 0,2 мл дистиллированной воды. Колбу закрывают притертой пробкой и тщательно встряхивают в течение 10—15 мин (до исчезновения комков). Колбу № 2 также хранят в эксикаторе без осушающего агента. Увлажненный сорбент используют не более 4—5 дней.

Натрий бикарбонат х. ч. Натрий серноокислый безводный, х. ч. Натрий хлористый х. ч. Кали едкое х. ч. Дистиллированная вода, проэкстрагированная гексаном. Кислота серная концентрированная, х. ч. Кислота уксусная ледяная, х. ч. Хромовый ангидрид х. ч. Спирт этиловый ректификат.

Окисляющий реагент: 9 г хромового ангидрида растворяют в 6 мл дистиллированной воды, смешивают с 300 мл ледяной уксусной кислоты.

Экстракты всех реактивов также должны быть проверены на хроматографическую чистоту. Для этого 50 г реактива экстрагируют 70—100 мл гексана, гексановый экстракт упаривают до 1—2 мл, 2—10 мкл полученного раствора вводят в хроматограф.

Стандартные растворы в гексане: ХОП — основные растворы, содержащие α -, γ -ГХЦГ и гептахлора по 1 мг/мл и 10 мкг/мл, ДДТ, ДДД и ДДЭ по 2 мг/мл и 20 мкг/мл; рабочий раствор, содержащий α -, γ -ГХЦГ и гептахлора по 0,10—0,05 мкг/мл, ДДТ, ДДД и ДДЭ по 0,20 мкг/мл; ПХБ — основной раствор, содержащий: ТХД и совол — 1 мг/мл, хлوفен А-50 — 100 мкг/мл; рабочий раствор, содержащий ТХД и хлوفен А-50 по 2 мкг/мл, совол 10 мкг/мл. Основные растворы хранят в холодильнике в колбочках с хорошо притертыми пробками в течение года и более. Рабочие растворы готовят по мере надобности — раз в 2—3 месяца. Вне рабочего времени рабочие растворы также хранят в холодильнике, чтобы не испарялся гексан и не изменялась концентрация рабочего раствора.

Наполнитель газохроматографической колонки — инертный носитель хроматон-N-AW DMCS с частицами размером 0,125—0,160, 0,16—0,20 мм или хроматон-N-AW HMDS с частицами размером 0,16—0,20 мм. Жидкая фаза — SE-30 (5%), ХЕ-60 (или OV-17) (5%).

Приборы и посуда. Газовые хроматографы типа «Цвет», «Газохром», ХЛ-8МДП, снабженные ДПР или ДЭЗ. Микроизмельчитель тканей. Ротационный испаритель ИР-1 или другой прибор для концентрирования в вакууме. Насос водоструйный. Шкаф сушильный. Баня водяная. Аппарат для встряхивания АБУ-1. Центрифуга ЦЛС-3. Колонка стеклянная газохроматографическая 1; 2 или 1,5 м × 3 мм. Колонка для хроматографии стеклянная, рабочая длина 30 см, внутренний диаметр 10 мм. Колонка снабжена капельницей и фильтром. Микрошприцы. Колбы конические емкостью 300, 250, 100, 50 и 10—15 мл на шлифах. Холодильники Либиха на шлифах. Чашки фарфоровые. Воронки делительные на 2 л, 250, 100 и 50 мл. Воронки химические диаметром 4 и 8 см. Пипетки на 2 мл, микропипетки на 0,2 мл. Колбы мерные с притертыми пробками на 100 и 50 мл. Термометр химический до 100°C. Пробирки градуированные на шлифах емкостью 10, 20 мл. Цилиндры мерные на 100 и 50 мл. Эксикатор. Стакан-бюкс с притертой пробкой. Химические стаканы на 400, 100 и 50 мл. Фильтры бумажные с красной лентой, промытые гексаном. Вата обезжиренная (промытая диэтиловым эфиром). Исключается пользование пластмассовой посудой и хранение в ней реактивов.

Ход анализа. Экстракция [3] воды. Анализируемый образец воды (2 л) помещают в 2-литровую делительную воронку и добавляют туда же 10—15 г хлористого натрия. Стеклянные бутылки из-под пробы воды встряхивают с 15 мл ацетона, затем с 75 мл гексана в течение 10 мин, чтобы десор-

бировать ХОП и ПХБ со стенок стеклянного сосуда. Вместо гексана для экстракции можно использовать петролейный эфир с т. кип. 38—55°C.

Эти порции ацетона (15 мл) и гексана (75 мл) переносят в делительную воронку с образцом воды и содержимое встряхивают в течение 10—15 мин. В случае сильного встряхивания возможно образование стойкой эмульсии, препятствующей разделению слоев гексана и воды. После разделения слоев гексанный слой переносят в колбу для сбора экстракта, фильтруя его через безводный сернокислый натрий. Образец воды снова переносят в делительную воронку и экстрагируют еще 2 раза по 10 мин гексаном (или петролейным эфиром) порциями по 50 мл, фильтруя каждый раз через сернокислый натрий. Слой сернокислого натрия промывают 10 мл гексана или петролейного эфира и отжимают стеклянной пробкой. Объединенные гексановые экстракты помещают в аппарат для отгонки гексана в вакууме и отгоняют гексан (или петролейный эфир) до объема 3—5 мл.

Экстракция почвы. Воздушно-сухую почву (10 г), отобранную методом квартования, помещают в коническую колбу на 250 мл, добавляют 20 мл дистиллированной воды и оставляют закрытую колбу на сутки. Затем к увлажненной почве приливают 10 мл ацетона и 40 мл гексана или петролейного эфира (т. кип. 38—55°C). Смесь энергично встряхивают на аппарате для встряхивания или вручную в течение часа. Далее содержимое колбочек переносят в центрифужные пробирки, центрифугируют в течение 15 мин (2000 об/мин) и декантируют жидкую часть в делительную воронку на 500 мл.

Почву из центрифужной пробирки обмывают 10 мл гексана (петролейного эфира), полученный раствор соединяют с экстрактом. К содержимому делительной воронки добавляют 30 мл дистиллированной воды, встряхивают 1—2 мин, водно-ацетоновый слой сливают в стакан, гексанный фильтруют через сернокислый натрий, как описано выше, в колбу для сбора экстракта. Водно-ацетоновый слой переносят в делительную воронку и экстрагируют гексаном (петролейным эфиром) порциями 10 и 6—5 мл. Объединенные экстракты концентрируют, как описано выше.

Экстракция рыбы. Навеску рыбы (10 г) гомогенизируют в микроизмельчителе тканей в течение 5 мин в смеси 20 мл ацетона и 10 мл гексана. После этого сосуд с гомогенатом помещают в центрифугу, центрифугируют в течение 15 мин (3000 об/мин) и жидкую часть сливают в делительную воронку на 250 мл. Если есть необходимость, жидкую часть фильтруют через вискозный или пористый стеклянный фильтр под давлением азота, фильтр промывают смесью 5 мл гексана и 1 мл этилового эфира. К остатку биологического материала в сосуде добавляют 20 мл гексана и 2 мл диэтилового эфира, гомогенизируют в течение 5 мин, центрифугируют, жидкую часть присоединяют к первой порции, остаток в сосуде промывают смесью 10 мл гексана и 1 мл этилового эфира.

К объединенным экстрактам в делительную воронку добавляют 60 мл 0,9%-ного раствора хлористого натрия и содержимое встряхивают в течение 2—5 мин. Отделяют гексанный слой, водно-ацетоновый экстрагируют еще двумя порциями по 10 мл гексана. Гексанный слой сушат, фильтруя через сернокислый натрий, концентрируют до полного испарения гексана и постоянной массы жира (липидов, восков и т. д.), к жиру добавляют 3—5 мл гексана.

Очистка экстрактов кислотой [3]. Концентрированный экстракт (3—5 мл) помещают в делительную воронку, добавляют 5—7 мл концентрированной серной кислоты и содержимое осторожно встряхивают 5—10 раз. После разделения слоев нижний слой отработанной серной кислоты сливают. Очистку повторяют до получения бесцветного слоя серной кислоты. Очищенный экстракт промывают двумя порциями по 5 мл 1%-ного раствора бикарбоната натрия, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. Отмытый экстракт сушат, фильтруя через сернокислый натрий (10—15 г), слой осушителя тщательно промывают 3—7 мл гексана и отжимают стеклянной пробкой. Высушенный экстракт испаряют на воздухе или под слабым током воздуха до объема 2—4 мл при комнатной температуре.

Отделение ПХБ от ХОП на хроматографической колонке [1]. Очищенный и упаренный до 2 мл экстракт количественно переносят в хроматографическую колонку, подготовленную следующим образом: на пори-

стый фильтр колонки с помощью пинцета и стеклянной палочки помещают небольшой тампон из обезжиренной ваты. В небольшой химический стакан помещают 5 г подготовленного сорбента, сразу же добавляют гексан в таком количестве, чтобы он полностью покрыл сорбент. Полученную массу быстро перемешивают и переносят в колонку с открытым краном. Образовавшиеся пузырьки воздуха удаляют стеклянной палочкой. Избыток растворителя сливают до уровня, на 3 мм превышающего поверхность сорбента.

Кран закрывают, в колонку вносят подготовленный экстракт. Дают возможность пробе полностью впитаться в сорбент. После того как растворитель достигнет уровня, на 3 мм превышающего слой сорбента, начинают добавлять из капельницы над колонкой небольшими порциями петролейный эфир. Для элюирования ПХБ достаточно 35 мл петролейного эфира (фракция № 1). После того как уровень петролейного эфира на 3 мм превысит уровень сорбента, кран закрывают и меняют приемную колбу. Затем вновь открывают кран и при помощи капельницы небольшими порциями добавляют 40 мл смеси (4:1) хлористого метилена и гексана (фракция № 2). Элюирование проводят до полного осушения колонки.

Фракции № 1 и № 2 сушат сернокислым натрием, переносят в круглодонные колбы и растворители испаряют в вакууме ротационного испарителя, как описано выше. Остаток 1—2 мл от каждой фракции переносят в отдельные пробирки с притертыми пробками и 4—6 мкл каждого вводят в хроматограф, определяя в первой фракции ПХБ, во второй фракции ХОП, как описано далее.

Щелочное дегидрохлорирование [3]. Очищенный серной кислотой гексановый экстракт доводят до объема 4 мл. Из этих 4 мл 2 мл (экстракт № 1) оставляют для хроматографирования, другие 2 мл, т. е. экстракт № 2, подвергают щелочному дегидрохлорированию. Для этого 2 мл экстракта № 2 помещают в коническую колбочку объемом 20—30 мл, добавляют 0,4—0,5 г плавленого едкого кали (четыре «лепешки»), 2 мл этилового спирта, присоединяют обратный водяной холодильник и смесь нагревают при перемешивании на магнитной мешалке при 50—55°C в течение 30 мин (с момента растворения щелочи). Необходимо обеспечить хороший ток воды в холодильнике, чтобы избежать испарения гексана.

После охлаждения смеси холодильник снимают, шлиф и внутреннюю часть холодильника промывают 2—4 мл гексана в колбочку. Содержимое колбы переносят в делительную воронку, а колбочку споласкивают 2 мл гексана, присоединяя его к порции в делительной воронке. К смеси в делительной воронке добавляют 4—6 мл воды для разрушения однофазности системы, осторожно перемешивают, гексановый слой отделяют, а водно-спиртовой слой экстрагируют 2—4 мл гексана.

Объединенные гексановые экстракты промывают дважды по 2 мл 1%-ной серной кислотой, а затем дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод, сушат сернокислым натрием, как описано выше, концентрируют до 1—0,5 мл. Затем аликвоты экстрактов № 1 и № 2 последовательно вводят в хроматограф и после сравнения полученных хроматограмм друг с другом и с хроматограммами стандартов рассчитывают количества ХОП и ПХБ.

Окисление хромовым ангидридом [2]. Когда используют окисление, остатки растворителя экстракта № 2 отдувают струей воздуха. К сухому остатку добавляют 2 мл ледяной уксусной кислоты и 20 мл окисляющего реагента. Сосуд, в котором проходило концентрирование, с добавленными реактивами присоединяют к обратному холодильнику и выдерживают на кипящей водяной бане в течение 45 мин.

После охлаждения холодильник смывают дважды гексаном порциями по 3 мл и переносят содержимое концентратора в делительную воронку, содержащую 100 мл 2%-ного раствора едкого кали. Концентратор смывают двумя порциями гексана, присоединяя раствор к первым порциям. Содержимое воронки перемешивают 2—3 мин, водный слой затем дополнительно экстрагируют еще дважды гексаном по 30 мл. Объединенные гексановые экстракты подвергают сернокислотной очистке и промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. Экстракт концентрируют, как описано выше, до 1—2 мл.

Хроматографирование. 2—5 мкл экстракта вводят в хроматограф. Условия хроматографирования приведены в таблице 6.

6. Условия хроматографирования

Показатели	Хроматографы			
	ХЛ-8МДП	«Цвет-106»	«Газохром-1109»	«Цвет-106» «Цвет-5»
Скорость газа-носителя, мл/мин:				
через колонку	75	80	80	30
для поддува детектора	—	150	140	120
Скорость протяжки ленты, мм/мин	10	6	10	6
Температура, °С:				
колонки	200	180	200	200, 210
испарителя	220	210	225	220, 230
детектора	250	205	250	250
Рабочая шкала электрометра, А	—	$2 \cdot 10^{-11}$	$1 \cdot 10^{-11}$	$2 \cdot 10^{-11}$
Фазы, 5%	SE-30	SE-30; XE-60	SE-30	SE-30, OV-17
Длина колонки, м	1,5	2,0 2,0	1,5	1,0 2,0
Абсолютное время удерживания основных пиков, мин:				
α-ГХЦГ	1,13	—	1,06	1,6 2,5
γ-ГХЦГ	1,33	—	1,20	1,9 3,0
гептахлор	2 20	—	—	—
ДДЭ	4,53	—	4,34	6,60 9,0
ДДД	5,75	—	6,12 8,45	14,5
ДДТ	7,33	—	7,50 11,20	17,0
ТХД	—	9,0 6,0	—	—
совол		34,0 23,0		
хлорфен А-50:				
IV ⁰			5,5 8,80	
V ⁰ (см. рис. 3)			6,6 10,40	
VI ⁰			7,8 12,30	
Минимально детектируемые количества, нг:				
ГХЦГ	0,01	—	0,010 0,004	0,006
ДДТ	0,02	—	0,050 0,060	0,040
ТХД	—	0,2		
совол		2,0	0,3 0,2	0,5
хлорфен А-50 (ΣIV ⁰ —VI ⁰)			0,4 0,3	0,6
Линейный диапазон детектирования, нг:				
ГХЦГ	0,01—0,1	—	0,004—0,120	
ДДТ	0,02—1,70		0,04 —2,5	
ТХД		0,2—60		
совол		2,0—30		
хлорфен А-50			0,3—20,0	

Обработка результатов анализа. Расчет содержания ХОП после отделения на колонке ПХБ [2]. Содержание каждого пестицида в анализируемой пробе (X, мг/кг или мкг/л) находят по высоте пика на хроматограмме фракции № 2 в соответствии с калибровочными кривыми, построенными по результатам анализа серии стандартных растворов, по формуле:

$$X = \frac{AV_1}{V_2P}, \quad (I)$$

где A — количество пестицида, найденное по калибровочной кривой, нг; V_1 — объем раствора, из которого отбирают аликвоту для хроматографирования, мл; V_2 — объем аликвоты, вводимой в хроматограф, мкл; P — объем пробы воды или навеска образца, соответственно л или г.

Необходимо учитывать так называемую холостую пробу на колонку. Если при анализе холостой пробы получают пики со временем удерживания, совпадающим со временем удерживания какого-либо пестицида, то при анализе рабочей пробы из высоты полученного пика вычитают высоту пика от холостой пробы.

У каждой партии сорбента проверяют разделительную способность колонки следующим образом: в подготовленную колонку с сорбентом вносят 0,5 мл ПХБ известной концентрации и далее проводят все операции, описанные выше. Все ПХБ должны быть в первой фракции (с учетом холостой пробы на колонку). Аналогичную операцию проводят с другой колонкой (с тем же сорбентом), но вносят в нее 2 мл ХОП известной концентрации. В первой фракции не должно быть ХОП, за исключением ДДЭ, который иногда частично элюируется с ПХБ. Содержание ДДЭ находят по сумме, анализируя пробы до и после разделения на колонке. Таким образом, все ХОП должны находиться во второй фракции.

Расчет содержания ПХБ после щелочного дегидрохлорирования и окисления хромовым ангидридом [2]. Учитывая постоянное изменение фонового напряжения на детекторе, которое приводит к некоторому изменению чувствительности, расчет содержания ПХБ проводят по высоте или площади пика с учетом калибровочного коэффициента K . Значение K рассчитывают из результатов хроматографирования стандартного раствора из серии 5—6 анализов по формуле:

$$K = \frac{1}{n} \left(\frac{H_1}{A_1} + \frac{H_2}{A_2} + \dots + \frac{H_n}{A_n} \right),$$

где H — высота пика ПХБ, мм; A — количество стандартного ПХБ, введенного в хроматограф, нг; n — число анализов.

Количество ПХБ в пробе (X , мг/кг или мкг/л) рассчитывают по формуле II с введением в знаменатель значения K .

Расчет содержания ХОП и ПХБ после щелочного дегидрохлорирования при использовании колонки длиной 1 м, заполненной фазой SE-30 [3]. Расчет количества ПХБ (X , мкг/л воды, мг/кг почвы, мкг/100 г сырой массы биологического материала) проводят по методу абсолютной калибровки сравнением со стандартом, выбранным в соответствии с хроматограммой экстракта № 2, по формуле:

$$X = \frac{A \Sigma H_x V_1}{\Sigma H_{ст} V_2 PK} \cdot 2, \quad (II)$$

где A — количество стандартного ПХБ, введенного в хроматограф, соответственно нг, мг, мкг; $\Sigma H_{ст}$ — сумма высот трех пиков: IV⁰, V⁰ и VI⁰, мм; ΣH_x — сумма высот пиков с этим же временем удерживания на хроматограмме экстракта № 2 (V², VI², VII²); V_2 — объем аликвоты, введенной в хроматограф, мкл; V_1 — объем экстракта, из которого отобрана аликвота, мл; P — объем пробы воды (л), масса почвы (г), масса биологического материала (г); K — калибровочный коэффициент (см. выше).

Расчет α - и γ -ГХЦГ проводят по формуле (I), так как в состав ПХБ часто не входят изомеры, мешающие определению ГХЦГ.

Расчет содержания n , n' -ДДТ, n , n' -ДДД + о, n' -ДДТ и n , n' -ДДЭ (X , мкг/л воды, мг/кг почвы, мкг/г сырой массы биологического материала) проводят по формуле (III):

$$X = \frac{A\Delta H_x V_1}{H_{ст} V_2 PK} \cdot 2, \quad (III)$$

где для ДДД и ДДТ ΔH_x представляют собой разность высоты соответствующих пиков на хроматограммах до щелочного дегидрохлорирования (экстракт № 1) и после (экстракт № 2) (см. рис. 3); ΔH_x для *n, n'*-ДДЭ — это разность высоты пика со временем удерживания *n, n'*-ДДЭ и высоты пика с этим же временем удерживания, которую находят следующим образом, используя стандарт ПХБ подходящей концентрации и подходящего типа: на хроматограмме стандартного раствора ПХБ (см. рис. 3) определяют соотношение пиков V^0 и III^0 (делят высоту первого на высоту второго). Затем, используя это соотношение и высоту пика VII^1 на хроматограмме экстракта № 1, находят вклад пика V^1 (III^0) ПХБ в пик *n, n'*-ДДЭ; $H_{ст}$ — высота пика пестицида на хроматограмме стандарта, мм.

Отбор проб растительного материала на корню

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

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

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
20 га	Табак	Метод СС, по 4 листка в точке	Около 20 (1 кг) листьев	Листья измельчить, пе- ремешать и взять средний образец	0,25
<i>Зеленые корма</i>					
100 га/100 т	Мелкосеменные, мотыль- ковые, стручковые, зерновые травы и дру- гие растения, входя- щие в состав смесей	Метод ПД, срезать це- лые растения (10—15 штук через равные промежутки)	5 кг	Общую пробу измель- чить, перемешать и выделить средний об- разец	0,5—1,0
100 га/100 т	Кукуруза, подсолнечник, кормовая капуста	Метод СС, срезать по 3 растения в каждой точке	3 кг	Весь собранный материал измельчить, переме- шать и выделить $\frac{1}{4}$ часть, которую снова измельчить, тща- тельно перемешать и вы- делить средний обра- зец	0,5—1,0
<i>Корнеклубнеплоды</i>					
50 га/100 т	Сахарная свекла	Метод ПД, не менее 15 целых растений	Не менее 15 расте- ний, не менее 10 кг	Отделить листья от кор- ней. Листья считать отдельной пробой. Корни вымыть, обсу- шить, почетвертовать. От каждого взять $\frac{1}{4}$ часть; четвертинки измельчить, переме- шать и отвесить сред- ний образец. Листья	Листья —0,5

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
50 га/100 т	Кормовая свекла, брюква	Метод ПД, не менее 15 целых растений	Не менее 15 корней, не менее 3 кг	измельчить, перемешать и выделить средний образец Корни вымыть, обсушить, почетвертовать. От каждого взять $\frac{1}{4}$ часть, четвертинки измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
50 га/100 т	Картофель	Метод ПД, с 15 точек взять около 50 гнезд выборочно	Не менее 3 кг	Клубни вымыть, обсушить, с каждого взять половину или четверть, измельчить и отвесить средний образец	0,5

Овощные культуры

2—5 га	Овощные корнеплоды (морковь, петрушка, сельдерей, столовая свекла, редис, редька и др.)	Метод ПД, корни, а для овощей, используемых в ранний период развития (петрушка, столовая свекла), целые растения	Крупные — 3 кг, мелкие — 1 кг, ранние — 0,25—0,5 кг	Отбросить несъедобные части растений, остатки материала вымыть, обсушить, крупные овощи почетвертовать и отбросить $\frac{3}{4}$. Пробу измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5—0,25
--------	---	--	---	--	----------

Капустные овощные культуры

20 га	Капуста белая, красная, савойская	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 4 кг	4 кг	С каждого кочана взять $\frac{1}{4}$ часть. Перед измельчением четвертинок	0,5
-------	-----------------------------------	---	------	--	-----

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего об- разца, кг
5—10 га	Капуста цветная	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 2 кг	2 кг	срезать и отбросить поверхность предыду- щего среза, отбро- сить несъедобные лис- тья, измельчить и выделить средний об- разец Отбросить несъедобные части, остальное из- мельчить, переме- шать и выделить сред- ний образец	0,25
5 га	Капуста кольраби	Метод ПД, не менее 10 растений, не менее 0,5 кг	0,75 кг	Отбросить несъедобные части, остальное из- мельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
5 га	Капуста брюссельская	Метод ПД, учитывая головки, растущие на разной высоте и раз- ных частях растения, не менее 10 растений	Не менее 1 кг	Измельчить, переме- шать, выделить сред- ний образец	0,25
5 га	Лиственные овощи (са- лат, шпинат, щавель)	Метод ПД, не менее 10 растений	Салат — 0,5 кг Щавель — 0,25 кг	Отбросить несъедобные части, растение вы- мыть, обчистить, из- мельчить и выделить средний образец	0,25
5 га	Укроп	Метод ПД, только листья	0,25 кг	Отбросить непригодные части, измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,25

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

Максимальная величина поля или партии для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца
20 га/500 т	Огурец и бахчевые	То же	10 овощей, из крупных бахчевых взять вырезки — масса пробы 0,5 — 3 кг	Овощи вымыть, измельчить и выделить средний образец. Из крупных бахчевых взять вырезки	0,5
5 га	Спаржа	» »	0,5 кг	Растения вымыть, измельчить и выделить средний образец	0,25—0,5
5 га	Ревень	Метод ПД, выборочно листья	2 кг (без листовых пластинок)	После удаления листовых пластинок растения вымыть, высушить и выделить средний образец	0,5

Грибы

—	Шампиньоны и другие грибы	Метод К, руководствуясь правилами сбора грибов	Не менее 0,5 кг	Грибы измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
---	---------------------------	--	-----------------	---	-----

Фрукты

200 га/500 т	Семечковые фрукты	До 30 деревьев — выборочно, свыше 30 деревьев — метод ПД, в зависимости от площади, с 20—30 деревьев. Фрукты следует снимать с разных сторон дерева, с разной высоты и глубины кроны	До 30 деревьев — 5 кг, до 1 га — 7 кг, 1—10 га — 10 кг, 10—30 га — 12 кг, свыше 30 га — 15 кг	Фрукты почтвертовать, от каждого плода взять $\frac{1}{4}$ часть, четвертинки измельчить, перемешать и отвесить средний образец	0,5
--------------	-------------------	--	---	---	-----

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

До 1 га	Мягкие фрукты (клубника, земляника, малина)	Метод ПД	До 500 м ² — 1,5 кг, 500 м ² — 0,25 га — 2,5 кг, свыше 0,25 га — 2,5 кг	Тщательно перемешать исходный образец, взять половину, измельчить ее, перемешать и отвесить средний образец	0,5
---------	---	----------	---	---	-----

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

Приложение 2

Отбор проб мяса и внутренних органов убойных животных и проб рыбы

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

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

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

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

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
---	----------	--------------------	---	--------------------------------	-------------------------------------

Материал в кусках (картофель, свекла и т. д.)

100 т	В хранилищах	Метод ПР, с верхнего, среднего и нижнего слоев	7 кг	Материал почетвертовать, взять $\frac{1}{4}$ часть, перемешать, измельчить и выделить средний образец	0,5—1,0
Одно средство транспорта	В средствах транспорта	Метод ПР, с верхнего, среднего и нижнего слоев	3 кг	То же	0,5—1,0

Соломоподобный материал

До 100 т	Непрессованный	Метод ПР, на расстоянии 50 см от верха и низа из 20 мест	2 кг	Измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,1—0,2
До 100 т	Прессованный	Метод ПР, из тюков после снятия с них проволоки. Брать горстью с трех разных мест, стараясь не ломать растений	2 кг	То же	0,1—0,2
	Фрукты и овощи свежие	Метод ОШ, из различных упаковок, ящиков и т. д. из разных слоев	Из упаковок	Как в приложении 1, овощные культуры и фрукты	0,5—0,25
	Яблоки, груши, персики, айва	То же	10 кг (не менее 100 шт.)	Как в приложении 1, семечковые фрукты	0,5
	Абрикосы, сливы	» »	4 кг (не менее 100 шт.)	Как в приложении 1, вишни, черешни, сливы	0,5—0,25
	Черешня, вишня, виноград, земляника	» »	4 кг	Как в приложении 1, вишни, черешни, сливы, виноград	0,5—0,25

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

Овощи и фрукты сушеные

600 упаковок	Овощи и фрукты в виде кусочков	Метод ПР, с трех слоев	1—3 кг	Кусочки или брикеты измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
	Овощи и фрукты в виде порошка и сушеной зелени		0,6 кг	То же	0,25

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
	Овощи и фрукты в брикетирован- ном виде	Метод ВС, брикеты массой более 1 кг — отрезать сек- тор 1—2 см от краев, брикеты массой менее 1 кг — по одному брикету	1—3 кг	Кусочки или брикеты из- мельчить, перемешать и выделить средний образец	0,25

Пищевые продукты в жидкой форме

В крупной таре (контейнеры, ци- стерны, баки, бочки и т. д.)	Метод ПР, тара высотой до 2 м — полный слой, тара выше 2 м — с трех уровней	2 л	Разовые пробы сливают, пе- ремешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец	0,25
В мелкой таре (фляги, бутыл- ки, банки)	Метод ПУ	2 л	Исходные образцы сливают, перемешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец	0,25
Во время пере- грузки	Метод ПР, с разных мест отдельных мешков	2 л	То же	0,25

Пищевые продукты мажеобразной и твердой консистенции

В крупной таре	Метод ПР, тара высотой до 2 м — полный слой, тара выше 2 м — с трех уровней	0,5—2 кг	Разовые пробы сливают, пе- ремешивают, выделяют среднюю пробу и средний образец, при этом исход- ные образцы материала твердой консистенции из- мельчаются	0,25
В мелкой таре	Метод ПУ	0,2—1 кг	Исходные образцы объеди- няют, перемешивают, вы- деляют среднюю пробу и средний образец	0,2

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
---	----------	--------------------	---	--------------------------------	-------------------------------------

Пищевые продукты в упаковке (консервы, товар в бумажной или пластмассовой упаковке, в мешках и т. д.)

Сгущенное молоко, джем, повидло и др.	Метод ПУ	1 банку от варки или 2 кг	В случае взятия 1 банки она составляет средний образец, в других случаях перемешать и выделить средний образец	0,5—1
Мясные консервы	То же	1 кг	Измельчить, перемешать и выделить средний образец	0,5
Другие товары (мука, крупа, чай, кофе и др.)	» »	1 кг	Удалить упаковки, переме- шать, если нужно, из- мельчить и выделить средний образец	0,25—0,5

Продукты в кусках без упаковки

Мясопродукты (вет- чина, бекон, са- ло, колбаса и др.)	Метод ГР	0,5 кг	Отрезать исходные образцы массой 10 г с разных единиц продукции, из- мельчить и перемешать, средняя проба составляет средний образец	0,5
Сосиски и сар- дельки	Метод ОШ	0,4—0,5 кг	Отделить как исходные об- разцы сосиски и сардель- ки, не нарушая их це- лостности	0,4—0,5
Твердый сыр	Метод ГР	0,05—0,1 кг	Исходные образцы измель- чить, перемешать, они составляют средний обра- зец	0,05—0,1

Максимальная величина для отбора проб	Материал	Способ отбора проб	Величина средней пробы или исходного образца	Подготовка среднего образца	Величина среднего образца, кг
---	----------	--------------------	---	--------------------------------	-------------------------------------

Молоко

Со сливного пункта	Из цистерн (танков) 3 пробы с разной глубины по 100 мл. Из струи 3 пробы с интервалом в несколько минут	100 мл	Каждая средняя проба является средним образцом	300 мл
С молочных ферм	От 10 выбранных коров в определенном хозяйстве по 100 мл	1,0 л	То же	0,5 л
Из торговой сети	Методом ОШ, бутылки или другая упаковка	1,0 л	» »	0,5 л

Молочные напитки (сметана, йогурт и т. п.)

С молокозавода и из торговой сети	Из цистерн (танков) 3 пробы с разной глубины. Из упаковок методом ОШ	100 мл	Каждая средняя проба является средним образцом	300 мл
Масло	Методом ПР или ПУ	0,5—2 кг	Разовые пробы смешать и выделить средний образец	0,2—0,25

Сыры

Твердые сыры	Методом ПР	0,05—0,1 кг	Средние пробы измельчить и перемешать, это составит средний образец	0,05—0,1
Мягкие сыры	То же	0,5—2 кг	Разовые пробы смешать и выделить средний образец	0,2—0,25
В упаковке	Методом ОШ	0,5 кг	То же	0,2

Отбор проб лекарственных и ароматических растений*

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

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

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

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

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

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

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

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

* Расчетные нормативы.

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

СПИСОК СОКРАЩЕННЫХ НАЗВАНИЙ НАУЧНЫХ УЧРЕЖДЕНИЙ, ВСТРЕЧАЮЩИХСЯ В СПРАВОЧНИКЕ

- АрмФилВНИИГИНТОКС — Армянский филиал Всесоюзного научно-исследовательского института гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Ереван).
- БелНИСГИ — Белорусский научно-исследовательский санитарно-гигиенический институт (Минск).
- ВИЗР — Всесоюзный научно-исследовательский институт защиты растений (Ленинград).
- ВИЛАР — Всесоюзный научно-исследовательский институт лекарственных растений (Москва).
- ВИЭВ — Всесоюзный институт экспериментальной ветеринарии (Москва).
- ВНИВО — Всесоюзный научно-исследовательский институт по охране вод (Харьков).
- ВНИИбакпрепарат — Всесоюзный научно-исследовательский институт микробиологических средств защиты растений и бактериальных препаратов (Москва).
- ВНИИ биометодов — Всесоюзный научно-исследовательский институт биологических методов защиты растений (Кишинев).
- ВНИИВС — Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной санитарии (Москва).
- ВНИИВЭА — Всесоюзный научно-исследовательский институт ветеринарной энтомологии и арахнологии (Тюмень).
- ВНИИГИНТОКС — Всесоюзный научно-исследовательский институт гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс (Киев).
- ВНИИ жиров — Всесоюзный научно-исследовательский институт жиров (Ленинград).
- ВНИИМП — Всесоюзный научно-исследовательский институт мясной промышленности (Москва).
- ВНИИПП — Всесоюзный научно-исследовательский институт птицеперерабатывающей промышленности (Москва).
- ВНИИ фитопатологии — Всесоюзный научно-исследовательский институт фитопатологии (Голицыно Московской области).
- ВНИИХСЗР — Всесоюзный научно-исследовательский институт химических средств защиты растений (Москва).
- ВНИМИ — Всесоюзный научно-исследовательский институт молочной промышленности (Москва).
- ВНИТИГ — Всесоюзный научно-исследовательский технологический институт гербицидов и регуляторов роста растений (Уфа).
- ВНИФС — Всесоюзная научно-исследовательская противифиллоксерная станция (Олесса).
- ГрузНИИЗР — Грузинский научно-исследовательский институт защиты растений (Тбилиси).
- Институт коллоидной химии и химии воды АН УССР (Киев).
- ИЭМ — Институт экспериментальной метеорологии (Обнинск).
- КНИИГТиПЗ — Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний (Киев).
- МТИММП — Московский технологический институт мясной и молочной промышленности (Москва).
- УкрИЗР — Украинский научно-исследовательский институт защиты растений (Киев).
- УкрНИЭВ — Украинский ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский институт экспериментальной ветеринарии (Харьков).

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

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

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

Г-27692. См. *симазин*
 Г-30027. См. *атразин*
 Г-30028. См. *пропазин*
 Г-34161. См. *прометрин*
 Г-34360. См. *семерон*
 Г-36393. См. *метопротрин*
 Газатон. См. *симазин*
 Гардона 57, 72
 Гардоприм (хлоркарагард) 216, 223
 Гарнитан. См. *линурон*
 ГАС-893. См. *дактал*

Гажнон 131
 Гезагард. См. *прометрин*
 Гезамил. См. *пропазин*
 Гезаприм. См. *атразин*
 Гезаран. См. *метопротрин*
 Гексахлоран (ГХЦГ) 22, 36, 79
 Гексахлорбензол 6, 7, 9, 170
 Гексахлорбутадиеп (ГХБД) 21, 22
 Гептахлор 13, 16, 29, 30, 32, 34, 36
 Гербицид 6602. См. *дозанекс*
 Гетерофос 70
 Гомелин 251
 Гранозан 239
 ГС-13529. См. *хлоркарагард*
 ГС-14259. См. *метооксиарагард*
 Альфа-ГХЦГ 5, 7, 9, 13, 16, 17, 29, 32
 Гамма-ГХЦГ 6, 7, 9, 13, 16, 17, 18, 29, 32, 33, 34

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

- Дозанекс 135
- Зоокумарин 227
- Игран 215
- Изофос-3 78
- Канехлор 10
- Капарол. См. *прометрин*
- Карагард 215
- Карахол. См. *суффикс*
- Карбарил. См. *севин*
- Карбафос 57, 72, 81, 83, 85, 123
- Касарон 203
- Кельван. См. *деспираоль*
- Кельтан 28, 37
- Корал 87, 123
- Которан 141
- Кумафос. См. *корал*
- Линдан. См. *гамма-ГХЦГ*
- Линурон 137, 139, 142
- Лорокс. См. *линурон*
- Малоран 139, 141
- Мель 232, 233
- Медный купорос 232, 233
- Мезоранил 215
- Меназон. См. *сайфос*
- Метазин 215
- Метафос 57, 66, 72, 83, 123
- Метилмеркурхлорид 235, 239
- Метилнитрофос 57, 72, 89, 123
- Метилртуть 239
- Метоксикарагард 216
- Метоксиклор 35
- Метоксуран. См. *дозанекс*
- Метопротрин 215
- Милогард. См. *пропазин*
- Мильбекс 105
- Монурон 139
- Мускатокс. См. *корал*
- 2М-4ХМ (2-метил-4-хлорфеноксисукусная кислота) 196, 198
- 2М-4ХМ (2-метил-4-хлорфеноксимасляная кислота) 196
- 2М-4ХП (2-метил-4-хлорфеноксипропионовая кислота) 196
- Н-2810. См. *линурон*
- Нитран. См. *трефлан*
- Нитрофен. См. *нитрохлор*
- Нитрохлор 29
- Нуван. См. *ДДВФ*
- Оксамат 209
- Паторан 142
- Пенокумарин 227
- Пентахлорнитробензол 31
- Пиримикарб. См. *пиримор*
- Пиримор 150
- Полихлорированные бифенилы (ПХБ) 6, 10, 17
- Полихлорированные нафталины (ПХН) 10
- Полихлорированные терфенилы (ПХТ) 10
- ПП-175. См. *сайфос*
- Пребан. См. *игран*
- Префар 90
- Префикс 203
- Приматол-А. См. *атразин*
- Приматол-М. См. *гардоприм*
- Приматол-П. См. *пропазин*
- Приматол-С. См. *симазин*
- Прометрин 215
- Пропазин 215
- Пропанид 79, 161
- Пропоксур 154
- ПХНБ. См. *пентахлорнитробензол*
- ПЭБК. См. *тиллам*
- Р-7465. См. *дервинол*
- Резитокс. См. *корал*
- Рицид 79, 124
- Рогор. См. *фосфамид*
- Ртуть общая 241, 248
- Ртутьорганические пестициды, 232, 233, 235, 238, 239
- С-1983. См. *теноран*
- Сайфос 57, 72, 93, 95
- Сатурн 156
- Сафизон. См. *сайфос*
- Сафикол. См. *сайфос*
- Севин 162
- Семерон 215
- Сероуглерод 260
- Симазин 215
- Совол 11, 13, 16
- Совтол 11
- Соединение 29659. См. *теноран*
- Солан 139
- Суффикс 201
- 2,4,5-Т 177, 182, 187, 190, 193
- Тедион 35
- Теноран 139, 144
- Тербутрин. См. *игран*
- Тиллам 164
- Тиофанат. См. *топсин НФ-35*
- Тиофанат-метил. См. *топсин НФ-44*
- Топсин НФ-35 145
- Топсин НФ-44 145
- Трефлан 49
- Трифлорамин. См. *трефлан*
- Трихлорацетат натрия 212
- Трихлорметафос-3. См. *ТХМ-3*
- Трихлоруксусная кислота 212
- Трихлорфон. См. *хлорофос*
- Трихотecin 258

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

Хлоркарагард. См. *гардоприм*
Хлороксурон. См. *теноран*
Хлорорганические пестициды 6, 10,
18, 34
Хлорфен 10, 13, 16
Хлорфенокарб. См. *теноран*

Хлорофос 72, 75, 124, 128, 129
Хлорэтанол. См. *кельтан*
Церкобин. См. *толсины НФ-35 и*
НФ-44
Цианамид-38023. См. *варбекс*
Цианокс 57, 120, 124
Цианоксон 122
Цидиал 57, 81
Циодрин 124
Цитразин. См. *симазин*

Четыреххлористый углерод 46, 232

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

Ялан 79, 161

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	3
ХЛОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ	
Методические указания по определению остаточных количеств хлорсодержащих пестицидов (гексахлорбензола, α - и γ -изомеров ГХЦГ, ДДЭ, ДДТ) в почве методом газо-жидкостной хроматографии	5
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов и полихлорированных бифенилов при их совместном присутствии в объектах внешней среды и биоматериале	10
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в сырье для производства детских сухих молочных смесей	1
Методические указания по определению гексахлорбутадиена в почве газохроматографическим методом	21
Методические указания по определению остаточных количеств деспиrolа (келевана) в картофеле, свекле, почве	22
Методические указания по газохроматографическому определению дилора в почве, кормах, органах и тканях животных	24
Методические указания по определению кельтана в молоке газохроматографическим методом	28
Методические указания по определению нитрохлора в капусте и воде методом газо-жидкостной хроматографии	29
Методические указания по определению пентахлорнитробензола в зерне и воде газо-жидкостной хроматографией	31
Методические указания по определению ЭФ-2 в зерне методом газо-жидкостной хроматографии	33
Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях методом хроматографии в тонком слое	34
Методические указания по определению четыреххлористого углерода в зерне фотоколориметрическим методом	46
ФТОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ	
Методические указания по определению микроколичеств трефлана и нитрофора	49
ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИЕ ПЕСТИЦИДЫ	
Методические указания по определению фосфорорганических пестицидов (амифос, антио, афуган, базудин, бромфос, валексон, гардона, карбофос, метафос, метилнитрофос, сайфос, цианокс, цидиал, фенкаптон, фозалон, фосфамид, фталофос) в воде хроматографическими методами	57
Методические указания по определению антио и фосфамида в меде методом хроматографии в тонком слое	63
Методические указания по определению антио и фосфамида в кормах методом тонкослойной хроматографии	64
Методические указания по определению бромфоса в почве, воле, фруктах хроматографическими методами	66

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

ПРОИЗВОДНЫЕ МОЧЕВИНЫ

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

ПРОИЗВОДНЫЕ КАРБАМИНОВОЙ, ТИО- И ДИТИОКАРБАМИНОВОЙ КИСЛОТ

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

КАРБОНОВЫЕ КИСЛОТЫ И ИХ ПРОИЗВОДНЫЕ

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

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

СИММ-ТРИАЗИНЫ

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

ПРОИЗВОДНЫЕ КУМАРИНА

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

МЕДЬ- И РТУТЬСОДЕРЖАЩИЕ СОЕДИНЕНИЯ

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

БИОПРЕПАРАТЫ

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

РАЗНОЕ

Методические указания по определению сероуглерода в винограде колориметрическим методом	260
Унифицированные правила отбора проб сельскохозяйственной продукции,	303

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

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

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

СПРАВОЧНОЕ ИЗДАНИЕ

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

ИБ № 3191

Сдано в набор 06.08.82. Подписано к печати 04.04.83. Т-00400. Формат 60×90^{1/16}. Бумага кн. ж. № 2 Гарнитура литературная. Печать высокая. Усл. печ. л. 19 Усл. кр.-отт. 19. Уч.-изд. л. 28,77. Изд. № 209. Тираж 11 000 экз. Заказ № 1360. Цена 1 р. 50 к.

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

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