

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

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

Часть XI

Москва - 1981

Государственная комиссия по химическим средствам борьбы с вредителями, болезнями растений и сорняками при МСХ СССР

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

Часть XI-я

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 - 1981

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

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 И.А.Клисенко).

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

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного Государственного
санитарного врача СССР

А.И.Замченко

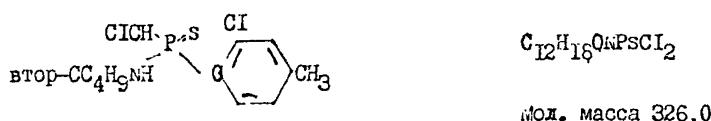
" 28 " января 1980 г.

№ 214-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИЗОФОСА-З
В РИСЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

I. Краткая характеристика препарата

Изофос-З новый отечественный гербицид, рекомендуемый для борьбы с просоидными сорняками в посевах риса. Действие начало препарата 0-(2-хлор,4-метилбензил)-N-(втор-бутиламида) хлорметилтиофосфонат. Структурная формула:



Синонимы отсутствуют.

В чистом виде бесцветная вязкая жидкость с Т.кип. 147-148°C при 0,1 мм рт.ст.. Хорошо растворим в ацетоне, гексане, бензоле, этилацетате. Растворимость в воде при 20°C 1,87 мг/л. Р-значения в системе вода:органический растворитель, для гексана 0,84, этилацетата 0,71, бензола 0,90.

LD_{50} для крыс 510 мг/кг

ДОК в рисе 0,1 мг/кг, ЦДК в воде 0,4 мг/л. ЦДК в почве не установлена.

2. Методика определения изофоса-З в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

Метод определения изофоса-З в рисе основан на извлечении гербицида этилацетатом, из воды -гексаном, а из почвы - смесь гексана с ацетоном (4:1) или изопропилового спирта с бензолом (1:3) и определении газожидкостной хроматографией с термоионным детектором (ТИД) без

очистки экстракта или тонкослойной хроматографией после очистки экстракта на колонке с окисью кремния для люминесцентов.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций

	ГЖХ	ТСХ
рис	0,03-0,48 мг/кг	0,05-0,3мг/кг
почва	0,01-0,16 мг/кг	0,05-0,3мг/кг
вода	0,005-0,08мг/л	0,001-0,006мг/л

Предел обнаружения 0,25 мг ГЖХ и 0,5 мкг ТСХ.

Предел обнаружения

	ГЛ.	ТСХ
рис	0,03 мг/кг	0,05мг/кг
почва	0,01 мг/кг	0,05-0,08мг/кг
вода	0,005 мг/л	0,001 мг/л

Среднее значение определения стандартных количеств изотопа-3 в % С при n=15

	ГЖХ	ТСХ
рис	90,8	83,2
почва	85,9	81,0
вода	95,0	90,0

Стандартное отклонение S в %

	ГЖХ	ТСХ
рис	± 3,5	± 9,4
почва	± 7,9	± 8,8
вода	± 3,9	± 7,8

Относительное стандартное отклонение S_r

	ГЖХ	ТСХ
рис	± 3,9	± 11,3
почва	± 9,1	± 10,9
вода	± 4,1	± 8,7

Доверительный интервал среднего в % при p=0,95 и n=5

	ГЖХ	ТСХ
рис	90, ±4,5	83,2±12,1
почва	85,9±10,2	81,0±11,3
вода	95,0±5,0	90,0±10,0

Размах вариирования в % R

	ГЖХ	ТСХ
рис	73-98	70,0-90,5
почва	72-99	70-90
вода	62-100	80-100

2.1.3. Избирательность метода

Метод селективен. Прочие пестициды, применяемые на рисовых плантациях, в том числе рицид, рицид-П, ялан, пропанид, метафос определению не мешают.

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон ГОСТ 2603-71, х^ч, свежеперегнанный

Гексан ТУ-6-09-3375-78, х^ч, свежеперегнанный

Бензол ГОСТ 5955-75

Изопропиловый спирт СТ-ГОСТ 15-235 х^ч

Хлористый метилен МРТУ 6-09-53-62-68, х^ч, свежеперегнанный

Петролейный эфир (гр.40-70°C) ТУ-МЛ 1867-48 ч, перегнанный

Кремний окись (IV) для ламинаторов МРТУ-6-69-425-67.

Окись кремния просеивают через сито с размером отверстий 0,2 мм (70-90 меш). 100г сорбента помещают в фарфоровую чашку и активируют в предварительно нагретом шкафу до 130°C шкафу в течение 7 часов. Сорбент охлаждают в эксикаторе над P₂O₅, затем пересыпают в круглодонную колбу на 500 мл с притертой пробкой (колба 1). Колбу 1 хранят в эксикаторе без осушающего агента в колбу 2 быстро отвешивают из колбы 1 47,5 г активированного охлажденного сорбента, затем пипеткой, очень аккуратно, по стечкам колбы вносят - 2,5 мл дистиллированной воды. Колбу закрывают притертой пробкой и ее содержимое тщательно встряхивают в течение 15-20 мин до исчезновения комков. Колба 2 хранится в эксикаторе без осушающего агента. Сорбент из колбы 2 годен к употреблению в течение 6-7 дней.

2,6-Дибромхинонхлоримид МРТУ 6-09-5759-69 , 0,5%-ный раствор в циклогексане

Циклогексан МРТУ 6-09-3112-66, х^ч

Азотноокислое серебро ГОСТ 1277-75

Бромбензоловый синий

Проявляющий бромбензоловый реагент. 0,05г бромбензолового синего растворяют в 10 мл ацетона и доводят до 100 мл 1%-ным раствором азотно-кислого серебра в смеси ацетона с водой (3:1).

Уксусная кислота .ГОСТ 61-75, 5%-ный водный раствор

Хроматон-Н-супер (0,16-0,20 мм) с 3% SE-30

Хроматон-Н-АВ-НПС (0,125-0,160 мм)

Полиизобутенгликольсукинат (ПИГС) ТУ 6-Н-15-68

Пластинки "силикол", ЧССР

Хлористый натр ГОСТ 4233-66, чда

Пятиокись фосфора P₂O₅ МРТУ 6-09-5759-69

Сульфат натрия ГОСТ 41-66-76, безводный и 1%-ный раствор

Стандартные растворы изоюса-З в ацетоне с содержанием 100 мкг/мл (раствор А), 10 мкг/мл (раствор Б) и серия стандартных растворов с содержанием 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 мкг/мл.

Раствор А готовят растворением 10 мг изоюса-З в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Из раствора А пипеткой отбирают 10 мл и помещают раствор ^Б в мерную колбу на 100 мл, и доводят колбу до метки ацетоном. Растворы А и Б стабильны при хранении в холодильнике в течение 1 года.

Для приготовления серии стандартных растворов из раствора Б в серию пробирок емкостью 10 мл с пришлифованными пробками пипеткой отбирают 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 мл и соответственно добавляют пипеткой 9,9; 9,8; 9,5; 9,0; 8,0; 7,0 мл ацетона. Пробирки закрывают пробками. Серию стандартных растворов готовят ежедневно.

Азот особой чистоты ГОСТ 9293-74, газообразный из баллона

Водород из баллона с редуктором или получаемый из генератора водорода

Воздух из баллона или нагнетаемый компрессором.

2.3. Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф Цвет 106 или аналогичный прибор с ТИД

Хроматографическая камера с притертой крышкой

Аппарат для встряхивания

Кофейная мельница

Ротационный вакуумный испаритель

Почвенное сито

Сито с размером отверстий 0,2 мм (70–90 меш)

Делительные воронки ГОСТ 10054-75 на 1 л

Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 20 см, внутренним диаметром 1 см, с пористым фильтром в нижней части и с капельницей на шлифе.

Хроматографические колонки для ГЖХ стеклянные, длиной 2 м и внутренним диаметром 3,5 мм, а также длиной 1,5 м и внутренним диаметром 3 мм

Колбы плоскодонные со шлифом Гост 10394-72 на 100, 500 и 1000 мл
мензурки ГОСТ 1770-74 на 50, 100 и 500 мл

Эксикатор

Пипетки ГОСТ 1770-74, на 1, 2, 10 и 20 мл

Колбы мерные ГОСТ 1770-74 на 100 мл

Пробирки с притертными пробками на 10 мл

Микроприц на 10 мкл

Пористый фильтр N 1

2.4. Подготовка к определению

Подготовку хроматографа к работе проводят согласно инструкции.

Хроматографические камеры мысывают "подвижным растворителем" гексан:хлористый метилен (3:2) или петролейный эфир:акетон (7:1) в течение 1 часа

Перед анализом рис измельчают на кофейной мельнице до консистенции муки грубого помола. Для анализа берут 50 г.

Почву перед анализом просеивают через почвенное сито. Для анализа берут навеску почвы в естественно-влажном состоянии в количестве 20г

2.5 Проведение определения

Газохроматографическое определение

Рис. 50 г размолотого риса помещают в плоскодонную колбу на I л, добавляют 100 мл этилацетата и экстрагируют изофос-З с помощью механического встряхивания в течение 30 мин. Экстракт фильтруют через бумажный фильтр в круглодонную колбу прибора для отгонки растворителя. Экстракцию повторяют еще два раза тем же количеством растворителя. Отгоняют этилацетат с помощью ротационного вакуумного испарителя полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 10 мл ацетона. Колбу закрывают притертой пробкой и тщательно обмывают стенки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Вода. 500 мл воды помещают в делительную воронку емкостью I л, добавляют около 10 г хлористого натрия и экстрагируют изофос-З тремя порциями по 100 мл этилацетата. Объединенный экстракт сушат над безводным сульфатом натрия и фильтруют через пористый фильтр №1 в круглодонную колбу прибора для отгонки растворителя. Фильтр смывают небольшим количеством этилацетата. С помощью ротационного вакуумного растворителя полностью удаляют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл ацетона, колбу закрывают пробкой и тщательно смывают стеки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Почва. Среднюю влагу: пробу почвы (20 г) помещают в плоскодонную колбу на 100 мл, заливают 50 мл смеси гексан:акетон (4:1) или изопропиловый спирт:бензой (1:1) и экстрагируют изофос-З в течение 30 мин с помощью механического встряхивания. Переносят экстракт через бумажный фильтр в делительную воронку. Операцию повторяют еще два раза тем же количеством растворителя. К объединенному экстракту добавляют 30 мл $\text{H}_2\text{-ногого}$ раствора сульфата натрия, 50 мл ацетона и несколько раз осторожно, не взбалтывая, переворачивают воронку, предварительно закрыв ее пробкой. После разделения слоев водный, нижний слой отбрасывают.

Верхний слой сливают в коническую колбу на 500 мл и сушат над безводным сульфатом натрия в течение 15–20 мин при периодическом помешивании раствора. Высущенный экстракт фильтруют небольшими порциями в грушевидную колбу на 25 мл и отгоняют растворитель с помощью ротационного вакуумного испарителя до объема 1–2 мл. Последнюю порцию растворителя удаляют полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл гексана. Колбу закрывают притертой пробкой, тщательно смывают стекки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мл полученного раствора.

Условия хроматографирования

Хроматограф Цвет И06 с ТИД

Наполнитель колонки	3% SE-30 на хроматоне-N-супер	2% ПДЭГС на хроматоне-N-AW-HMDS
Длина колонки	200 см	150 см
Диаметр	3,5 мм	3 мм
Скорость протяжки ленты самописца	0,33 см/мин	0,33 см/мин
Рабочая шкала электрометра	$10 \cdot 10^{-10}$ А	$2 \cdot 10^{-10}$ А
Температура колонки	210°C	180°C
испарителя	220°C	190°C
Скорость азота	60 мл/мин	70 мл/мин
водорода	18 мл/мин	18 мл/мин
воздуха	180 мл/мин	180 мл/мин
Время удерживания Изофоса-З	3 мин 35 с	9 мин 25 с
ялана	23 с	30 с
рицида	1 мин 6 с	3 мин 42 с
рицида-II	1 мин 16 с	2 мин 27 с
метафоса	1 мин 29 с	11 мин 3 с
пропанцида	1 мин 50 с	19 мин 2 с (при 210°C)
В хроматограф вводят	2 мкл	2 мкл
Чувствительность детектирования	0,25–4 мг	0,3–6 мг

Количественное определение проводят методом соотнесения со стандартом по высоте пиков

Определение тонкослойной хроматографией

При определении методом ТХС дополнительно проводят очистку экстракта на колонке с окисью кремния для люминофоров.

Для очистки берут аликовты из полученных по п. 2.6.1. конечных растворов.

Рис. Из 10 мл яи очистку берут 2 мл, что эквивалентно 10 г риса.

Почва. К 2 мл добавляют еще 2 мл гексана и на очистку в зависи-

мости от содержания гумуса ($\leq 4\%$) берут 1 или 2 мл полученного раствора, что эквивалентно 5 или 10 г почвы.

Вода. На чистку берут весь объем (2 мл) раствора.

Отбранную ацетоновую аликовту помещают в пробирку, полностью удаляют растворитель. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл гексана. Раствор почвенной пробы, поскольку она растворена в гексане, непосредственно переносят на колонку. Полученные растворы также переносят на колонку. Для подготовки колонки отвешивают в химический стакан 5 г сорбента из колбы 2, добавляют к нему гексан, содержимое стаканчика быстро перемешивают и переносят на колонку. Предварительно на пористый фильтр колонки помещают небольшой ватный томпок. Колонку заполняют при открытом кране. Кран закрывают, когда растворитель находится над слоем сорбента на расстоянии 3 мм. Меняют приемник и при открытом кране колонки переносят рабочий раствор (2 мл). Дает ему полностью впитаться в сорбент. Колбу из-под рабочего раствора несколько раз ополаскивают 1-2 мл гексана, полученный раствор также переносят на колонку. К колонке присоединяют капельницу, содержащую 20 мл смеси хлористого метилена с гексаном (4:1), и по каплям начинают добавлять элюнт. По окончании элюирования отсоединяют приемник, добавляют к элюату чайную ложку безводного сульфата натрия и сушат раствор в течение нескольких ми. Элюат фильтруют в центрифужную пробирку. В пробирку помещают заплавленный в верхней части капилляр и отгоняют на водяной бане растворитель, добавляя свежие порции фильтрата по мере удаления растворителя. Остаток (0,1-0,2 мл) при помощи того же капилляра, но с отломанным заплавленным концом количественно переносят на хроматографическую пластинку. Одновременно с рабочей пробой на пластинку наносят серию стандартных растворов изофоса-З с содержанием 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 мкг. Хроматограмму развивают в системе гексан:хлористый метилен (3:2) или в системе петролейный эфир:ацетон (7:1). После развития хроматограммы ее высушивают и обрабатывают 0,5%-ным раствором 2,6-дибромхинонхлоримида в циклогексане с последующим нагреванием в сушальном шкафу при температуре 40°C в течение 5 мин. Изофос-З проявляется на пластинах в виде оранжевых пятен на белом фоне с $R_f = 0,44 \pm 0,01$ в первой системе и $0,56 \pm 0,09$ — во второй. Пятна стабильны в течение длительного времени. Хроматограммы можно также проявлять бромфеноловым реагентом с последующим снятием фона 5%-ным раствором уксусной кислоты.

2.6 Расчет результатов анализа

Газожидкостная хроматография

Содержание изофоса-З в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{H_{\text{пр}} + C_{\text{ст}} \cdot Y}{H_{\text{ст}} + Y_a \cdot A} \quad \text{мг/кг или мг/л}, \text{ где}$$

- $H_{\text{пр}}$ - высота пика анализируемой пробы в мм
 $H_{\text{ст}}$ - высота пика стандарта в мм
 $C_{\text{ст}}$ - содержание изофоса-З в стандарте в нг
 Y - объем конечного раствора, из которого отбирают аликовту на хроматографирование в мл
 Y_a - объем аликовты, вводимой в хроматограф в мкл,
 A - навеска анализируемого образца почвы в г или объем воды в мл
 Если при введении в хроматограф получаются слишком большие пики или происходит "зашкаливание", готовят менее концентрированные растворы, добавляя в конечный объем дополнительное замеренное количество растворителя.

Тонкослойная хроматография

Содержание изофоса-З в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_{\text{пр}}}{A} \quad \text{мг/кг или мг/л, где}$$

- $C_{\text{пр}}$ - количество изофоса-З, найденное в хроматографируемой пробе, в мкг
 A - навеска анализируемого образца риса или почвы в г или объем воды в мл

3. Требования безопасности

При работе соблюдать требования безопасности, принятые для фосфорорганических соединений, легковоспламеняющихся жидкостей и при работе с водородом.

4. Литература

1. Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова, Т.В.Алдотина "Определение остаточных количеств новых отечественных гербицидов изофоса-2, изофоса-3 в рисе и воде методом газожидкостной хроматографии с термоионным детектором" в б."Газовая хроматография пестицидов", Таллин, 1972г, 176-185.

2. Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова, Т.В.Алдотина "Определение изофоса-2, изофоса-3, ринида и ядана в рисе и воде ГХХ" в книге "Методы определения микроколичества пестицидов" М., "Колос", 1977, 219-222.

5. Авторы

Методические указания разработаны авторским коллективом ВНИИ химических средств защиты растений г. Москва, К.Ф.Новиковой, Ф.Р.Мельпер, Т.В.Алдошиной, И.Л.Меерzon.

6. В настоящие методические указания включена методика определения остаточных количеств изофоса-З в почве методом ГХХ и ТСХ разработанная тем же коллективом авторов и утвержденная 18 ноября 1977 г № 1798. Методика опубликована в "Методических указаниях по определению микрономичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и пищевой среде", ч. IX, 1979 г, стр I20-I24.

СОДЕРЖАНИЕ

Стр.

Хлорсодержание пестициды

1. Методические указания по определению нафрана в меде методом газовой хроматографии	I
2. Методические указания по определению нитрохлора и префорана в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии	8
3. Методические указания по определению ЭФ-2 в воде и почве газожидкостной хроматографией	14
4. Методические указания по определению хлорорганических пестицидов в воде, продуктах питания, кормах и табачных изделиях хроматографией в тонком слое . . .	22
5. Методические указания по определению полихлорированных бифенилов в присутствии хлорорганических пестицидов в птицепродуктах методом газовой хроматографии	45

Фосфорсодержание пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств волексона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией .	52
2. Методические указания по определению остаточных количеств гетерофоса в овощных культурах, почве и воздухе методами тонкослойной и газожидкостной хроматографии	61
3. Методические указания по определению остаточных количеств дурсбиона в растительном материале, почве и воде тонкослойной и газожидкостной хроматографией .	67
4. Методические указания по определению остаточных количеств изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией	75
5. Методические указания по определению метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-энзимным и газохроматографическим методом	84

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "Н" в рисе и воде газожидкостной хроматографией	93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фениндроксона и п-нитрокреазола в зерне и продуктах переработки зерна методом хроматографии в тонком слое	103
8. Энзимно-хроматографический метод определения фосфорорганических пестицидов в растительных продуктах и биосубстратах	109

Азотсодержащие пестициды

1. Производные мочевины, гуанидина, дитиокарбаминовой кислоты, анилиды карбоновых кислот, нитропроизводные, дитиокарбаматы	
1. Методические указания по определению дуала в растительном материале, почве и воде хроматографией в тонком слое	118
2. Методические указания по определению остаточных количеств гербицида малорена в почвах с различным содержанием гумуса методом ТСХ	124
3. Методические указания по определению остаточных количеств НЕ-166 в огурцах хроматографией в тонком слое и фотометрическим методом	129
4. Методические указания по определению остаточных количеств тенекса в воде и почве	136
5. Методические указания по определению ФДН (N,N' -диметил- N -(3-хлорфенил)-гуанидин) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии	139
6. Методические указания по определению дитана М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде	149
 П. Гетероциклические соединения	
7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале	152

8. Методические указания по определению фунгицида бай- летона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов	159
9. Методические указания по газожидкостно-хроматогра- фическому определению бентазона в почве и растениях	166
10. Методические указания по определению диквата в се- менах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом	174
II. Методические указания по определению метазина в во- де, почве, овоцах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента	181
12. Методические указания по определению остаточных ко- личеств сим-триазиновых гербицидов (симазина, эт- разина, пропазина, прометрина, семерона, мезорани- ла, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией	188
13. Методические указания по определению котофора в се- менах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое	198
14. Методические указания по определению ронстара (ок- сидазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии	205
15. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии	209
16. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газо- жидкостной хроматографии	214
17. Методические указания по определению трифорина в воде	220
18. Методические указания по определению остаточных ко- личеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией	227
19. Методические указания по определению остаточных ко- личеств фоназона в почве, воде, свекле и раститель- ных объектах газожидкостной хроматографией	234

Прочие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ...	243
2. Методические указания по определению нитрона в воде, черноземной почве и сахарной свекле	248
3. Методические указания по определению содержания общей ртути в мясе, яйцах, рыбе, молочных продуктах, почве	255

Бактериальные пестициды

1. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом	268
2. Методические указания по определению витамина А в воздухе методом тонкослойной хроматографии	276
3. Методические указания по определению полиэдров ви-руса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом	280

Дополнения

1. Хроматографическое определение микроколичеств грапанида, линурона, монолинуриона и их метаболов в воде, почве и растительном материале	289
2. Методические указания по определению актеллика растительной продукции, почве и воде	296