

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
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, агрохимических, контрольно-токсикологических лабораторий Минсельхоза СССР и лабораторий других Министерств и ведомств, занимающихся анализом остаточных количеств пестицидов и биопрепаратов в продуктах питания, кормах и внешней среде.

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 М.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.Заченко

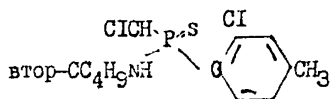
" 28 " января 1980 г.

№ 2144-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ОСТАТОЧНЫХ КОЛИЧЕСТВ ИЗОФОСА-3 В РИСЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ ГАЗОЖИДКОСТНОЙ И ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИЕЙ

1. Краткая характеристика препарата

Изофос-3 новый отечественный гербицид, рекомендуемый для борьбы с просовидными сорняками в посевах риса. Действующее начало препарата О-(2-хлор, 4-метилфенил)-N-(втор-бутиламино) хлорметилтиофосфонат. Структурная формула:



Мол. масса 326,0

Случайными 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.

LD₅₀ для крыс 510 мг/кг

ДОК в рисе 0,1 мг/кг, ПДК в воде 0,4 мг/л. ПДК в почве не устанавливается.

2. Методика определения изофоса-3 в рисе, почве и воде газожидкостной и тонкослойной хроматографией

2.1. Основные положения

2.1.1. Принцип метода

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

очистки экстракта или тонкослойной хроматографией после очистки экстракта на колонке с оксидом кремния для люминофоров.

2.1.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций

	ГЛХ	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 мкг ГЛХ и 0,5 мкг ТСХ.

Предел обнаружения

	ГЛХ	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 изофоса-3 в

% С при n=15

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

Стандартное отклонение S в %

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

Относительное стандартное отклонение S_г

	ГЛХ	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

	ГЛХ	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 варьирования в % R

	ГЛХ	ТСХ
рис	73–96	70,0–90,5
почва	72–99	70–90
вода	82–100	80–100

2.1.3. Избирательность метода

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

2.2. Реактивы и материалы

Ацетон ГОСТ 2603-71, хч, свежеперегнанный

Гексан ТУ-6-09-3575-78, хч, свежеперегнанный

Бензол ГОСТ 5955-75

Изопропиловый спирт СТ-ГОЛН 15-235 хч

Хлористый метилен МРТУ 6-09-53-62-66, хч, свежеперегнанный

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

Кремний окись (IV) для люминесцентных МРТУ-6-69-465-67.

Окись кремния просеивают через сито с размером отверстий 0,2 мм (70-90 меш). 100 г сорбента помещают в фарфоровую чашку и активируют в предзарительно нагретом шкафу до 130°C шкафу в течение 7 часов. Сорбент охлаждают в эксикаторе над P_2O_5 , затем пересыпают в круглодонную колбу на 500 мл с притертой пробкой (колба 1). Колбу 1 хранят в эксикаторе без осушающего агента. Колбу 2 быстро отвешивают из колбы 1 47,5 г активированного охлажденного сорбента, затем пипеткой, очень аккуратно, по стенкам 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-Дибромхинохлоримид МРТУ 6-09-5759-69, 0,5%-ный раствор в циклогексане

Циклогексан МРТУ 6-09-3112-66, хч

Азотнокислое серебро ГОСТ 1277-75

Бромфеноловый синий

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

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

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

Хроматон-Н-AW-H.O.S (0,125-0,160 мм)

Полиэтиленгликольсукцинат (ПЭГС) ТУ 6-П-15-68

Пластики "силуфол", СССР

Хлористый натр ГОСТ 4233-66, чда

Пятиокись фосфора P_2O_5 МРТУ 6-09-5759-69

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

Стандартные растворы изофоса-3 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 изофоса-3 в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. Из раствора А пипеткой отбирают 10 мл и помещают в мерную колбу на 100 мл, и доводят колбу до метки ацетоном. Раствор Б готовят растворением 10 мг изофоса-3 в мерной колбе на 100 мл в ацетоне. 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

Кольевая 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 шпигле.

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 25 мл

Колбы мерные ГОСТ 1770-74 на 100 мл

Пробирки с притертыми пробками на 10 мл

Микрошприц на 10 мкл

78 Пористый фильтр № 1

2.4. Подготовка к определению

Подготовку хроматографа к работе проводят согласно инструкции.

Хроматографические камеры насыщают "подвижным растворителем" гексан:хлористый метилен (3:2) или петролейный эфир:ацетон (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 1 л, добавляют 100 мл этилацетата и экстрагируют изофос-3 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 1 л, добавляют около 10 г хлористого натрия и экстрагируют изофос-3 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 стенки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Почва. Среднюю 1:1:1 пробу почвы (20 г) помещают в плоскодонную колбу на 100 мл, заливают 50 мл смеси гексан:ацетон (4:1) или изопропиловый спирт:бензол (1:1) и экстрагируют изофос-3 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 1%-ного 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. Высушенный 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 уделяют полностью. К сухому остатку пипеткой добавляют 2 мл гексана. Колбу закрывают притертой пробкой, тщательно смывают стенки колбы растворителем. В хроматограф вводят 2 мкл полученного раствора.

Условия хроматографирования

Хроматограф Цвет 106 с ТИЦ

Наполнитель колонки

	3% SE-30 на хроматон-Н-супер	2% ПДЭС на хроматон-Н- AW-НМД S
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-3	3 мин 35 с	9 мин 25 с
ялана	23 с	30 с
рицида	1 мин 6 с	3 мин 42 с
рицида-П	1 мин 16 с	2 мин 27 с
метафоса	1 мин 29 с	11 мин 3 с
пропанада	1 мин 50 с	19 мин 2 с (при 210°)
3 хроматограф вводят	2 мкл	2 мкл
Чувствительность детектирования	0,25–4 нг	0,3–6 нг

Количественное определение проводят методом соотношения со стандартом по высоте пиков

Определение тонкослойной хроматографией

При определении методом ТСХ дополнительно проводят очистку экстракта на колонке с окисью кремния для ламинофоров.

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

Рис. Из 10 мл на 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 ($\pm 4\%$) берут 1 или 2 мл полученного раствора, что эквивалентно 5 или 10 г почвы.

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

Отобранную ацетоновую аликвоту 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 тампон. Колонку выполняют 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). Дают 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 элюэнт. По окончании элюирования отсоединяют приемник, добавляют к элюату чайную ложку безводного сульфата натрия и сушат раствор в течение нескольких мин. 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-3 с содержанием 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3, 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-дибромхинонхлорида в циклогексане с последующим нагреванием в сушильном шкафу при температуре 40°C в течение 5 мин. Изофос-3 проявляется на пластинках 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-3 в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{H_{\text{рп}} \cdot C_{\text{ст}} \cdot U}{H_{\text{ст}} \cdot U_{\text{а}} \cdot A} \quad \text{мг/кг или мг/л, где}$$

$H_{\text{рп}}$ - высота пика анализируемой пробы в мм

$H_{\text{ст}}$ - высота пика стандарта в мм

$C_{\text{ст}}$ - содержание изофоса-3 в стандарте в мг

U - объем конечного раствора, из которого отбирают аликвоту на хроматографирование в мл

$U_{\text{а}}$ - объем аликвоты, 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 замеряемое количество растворителя.

Тонкослойная хроматография

Содержание изофоса-3 в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

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

$C_{\text{рп}}$ - количество изофоса-3, 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, легко воспламеняющихся жидкостей и при работе с водородом.

4. Литература

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

2. Ф.Р.Мельцер, К.Ф.Новикова, Т.В.Алдошина "Определение изофоса-2, изофоса-3, рипида и ядака в рисе и воде ГЖХ" в книге "Методы определения микроколичеств 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.Мельцер, Т.В.Алдошиной, И.Л.Меерзон.

6. В настоящие методические указания включена методика определения остаточных количеств изофоса-3 в почве методом ГЖХ и ТСХ разработанная тем же коллективом авторов и утвержденная 18 ноября 1977 г № 1798. Методика опубликована в "Методических указаниях по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде", ч. IX, 1979 г, стр 120-124.

СО Д Е Р Ж А Н И Е

Отр.

Хлорсодержащие пестициды

1. Методические указания по определению неорона 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

Фосфорсодержащие 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 дуробана 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 динитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-элюзионным и газохроматографическим методом	84

	Стр.
6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией	93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитрооксона и п-нитрокрезола 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, дитиокарбаты

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 малорана 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 тендкса в воде и почве	136
5. Методические указания по определению ФДН (N,N' -диметил- N -(3-хлорфенил)-гуанидина) в огурцах и воде методом тонкослойной хроматографии	139
6. Методические указания по определению дитена М-45 в продуктах питания растительного происхождения и воде	149

II. Гетероциклические соединения

7. Методические указания по определению базаграна в воде, почве, зерне и растительном материале	152
---	-----

	Стр.
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-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях	166
10. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом	174
11. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента	181
12. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симезина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезорантала, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией	188
13. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое	198
14. Методические указания по определению ронстар (оксидизона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии	205
15. Методические указания по определению тагигарена в воде методом тонкослойной хроматографии	209
16. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии	214
17. Методические указания по определению трифторина в воде	220
18. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией	227
19. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией	234

Прочие пестициды

1. Методические указания по определению остаточных количеств хлората магния полярографическим методом ... 243
2. Методические указания по определению нортрона 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 вируса ядерного полиэдроза капустной совки на растительных объектах иммунофлюоресцентным методом 280

Дополнения

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