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

gost.e-ecolog.ru

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.Заиченко

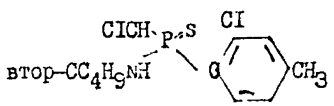
" 28 " января 1980 г.

№ 2144-80

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

I. 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-бутиламидо) хлорметилтиофосфонат. Структурная формула:



$C_{12}H_{16}O_4NPSCl_2$

мол. масса 326,0

Синонимы отсутствуют.

В чистом виде-бесцветная вязкая жидкость с Т.кип. 147-148°С при 0,1 мм рт.ст.. Хорошо растворим в ацетоне, гексане, бензоле, этилацетате. Растворимость в воде при 20°С 1,87 мг/л.

Р-значения в системе вода:органический растворитель, для гексана 0,84, этилацетата 0,71, бензола 0,90.

$ЛД_{50}$ для крыс 510 мг/кг

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

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 термоионным детектором (ТИД) без

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

2.I.2. Метрологическая характеристика метода

Диапазон определяемых концентраций

	ГЖХ	ТСХ
рис	0,03–0,48 мг/кг	0,05–0,3мг/кг
почва	0,0I–0,I6 мг/кг	0,05–0,3мг/кг
вода	0,005–0,08мг/л	0,00I–0,006мг

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

Предел обнаружения

	ГЖХ	ТСХ
рис	0,03 мг/кг	0,05мг/кг
почва	0,0I мг/кг	0,05–0,08мг/кг
вода	0,005 мг/л	0,00I мг/л

Среднее значение определения стандартных количеств изофоса-3 в % С при n=I5

	ГЖХ	ТСХ
рис	90,8	83,2
почва	85,9	8I,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	± II,3
почва	± 9,I	± I0,9
вода	± 4,I	± 8,7

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

	ГЖХ	ТСХ
рис	90, ±4,5	83,2±I2,I
почва	85,9±I0,2	9I,0±II,3
вода	95,0±5,0	90,0±I0,0

Размах варьирования в % R

	ГЖХ	ТСХ
рис	78–98	70,0–90,5
почва	72–99	70–90
вода	82–I00	80–I00

2.I.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 2603-7I,хч, свежеперегнанный
Гексан ТУ-6-09-3375-78, хч, свежеперегнанный
Бензол ГОСТ 5955-75
Изопропиловый спирт СТ-ГОЛП I5-235 хч
Хлористый метилен МРТУ 6-09-53-62-68,хч, свежеперегнанный
Петролейный эфир (тр.40-70°С) ТУ-МОЛП I067-48 ч, перегнанный
Кремний окись (IУ) для люминоторов МРТУ-6-69-485-67.

Окись кремния просеивают через сито с размером отверстий 0,2 мм (70-90 меш). I00г сорбента помещают в фарфоровую чашку и активируют в предварительно нагретом шкафудо I30°С 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 I). Колбу I хранят в эксикаторе без осушающего агента в колбу 2 быстро отвешивают из колбы I 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 I5-20 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 6-09-3II2-66, хч
Азотнокислое серебро ГОСТ I277-75
Бромфеноловый синий

Проявляющий бромфеноловый реагент. 0,05г бромфенолового синего растворяют в I0 мл ацетона и доводят до I00 мл I%-ным раствором азотнокислого серебра в смеси ацетона с водой (3:I).

Уксусная кислота ,ГОСТ 6I-75, 5%-ный водный раствор
Хроматон-N-супер (0,I6-0,20 мм) с 3% SE-30
Хроматон-N-AW-HMDS (0,I25-0,I60 мм)
Полиэтиленгликольсукцинат (ПЭГС) ТУ 6-I5-68
Пластинки "силуфол", ЧССР
Хлористый натр ГОСТ 4233-66, чда
Пятиокись фосфора P_2O_5 МРТУ 6-09-5759-69

Сульфат натрия ГОСТ 4I-66-76, безводный и 1%-ный раствор

Стандартные растворы изофоса-3 в ацетоне с содержанием I00 мкг/мл (раствор А), I0 мкг/мл (раствор Б) и серия стандартных растворов с содержанием 0,I; 0,2; 0,5; I,0; 2,0; 3,0 мкг/мл.

Раствор А готовят растворением I0 мг изофоса-3 в мерной колбе на I00 мл в ацетоне. Из раствора А пипеткой отбирают I0 мл и помещают в мерную колбу на I00 мл, и доводят колбу до метки ацетоном. Растворы раствор Б А и Б стабильны при хранении в холодильнике в течение I года.

Для приготовления серии стандартных растворов из раствора Б в серию пробирок емкостью I0 мл с пришлифованными пробками пипеткой отбирают 0,I; 0,2; 0,5; I,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 I06 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 I0054-75 на I л

Хроматографическая колонка стеклянная, длиной 20 см, внутренним диаметром I 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 I,5 м и внутренним диаметром 3 мм

Колбы плоскодонные со шлифом Гост I0394-72 на I00, 500 и I000 мл

Цилиндры ГОСТ I770-74 на 50,I00 и 500 мл

Эксикатор

Пипетки ГОСТ I770-74, на I, 2, I0 и 25 мл

Колбы мерные ГОСТ I770-74 на I00 мл

Пробирки с притертыми пробками на I0 мл

Микрошприц на I0 мкл

Пористый фильтр N I

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 [illegible] 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 удаляют 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 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	10.10^{-10} А	2.10^{-10} А
Температура колонки	210°С	180°С
испарителя	220°С	190°С
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–II	1 мин 16 с	2 мин 27 с
метафоса	1 мин 29 с	11 мин 3 с
пропанида	1 мин 50 с	19 мин 2 с (при 210°
В хроматограф вводят	2 мкл	2 мкл
Пределность детектирования	0,25–4 нг	0,3–5 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 люминофоров.

Для очистки берут аликвоты 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 (≤ 4%) берут I или 2 мл полученного раствора, что эквивалентно 5 или I0 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 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). Дают ему полностью впитаться в сорбент. Колбу из-под рабочего раствора несколько раз ополаскивают I-2 мл гексана, полученный раствор также переносят на колонку. К колонке присоединяют капельницу, содержащую 20 мл смеси хлористого метилена с гексаном (4:I), и по каплям начинают добавлять элюент. 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,I-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; I,0; I,5; 2,0; 3,мкг Хроматограмму развивают в системе гексан:хлористый метилен (3:2) или в системе петролейный эфир:ацетон (7:I). После развития хроматограммы ее высушивают и обрабатывают 0,5%-ным раствором 2,6-дибромхинонхлоримида в циклогексане с последующим нагреванием в сушильном шкафу при температуре 40°С в течение 5 мин . Изофос-3 проявляется на пластинах в виде оранжевых пятен на белом фоне с R_f 0,44±0,01 в первой системе и 0,56±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:

$$C = \frac{H_{рп} \cdot C_{ст} \cdot У}{H_{ст} \cdot У_{а} \cdot А}$$ мг/кг или мг/л , где

$H_{рп}$ – высота пика анализируемой пробы в мм
$H_{ст}$ – высота пика стандарта в мм
$C_{ст}$ – содержание изофоса-3 в стандарте в нг
У – объем конечного раствора, из которого отбирают аликвоту на хроматографирование в мл
$У_{а}$ – объем аликвоты , вводимой в хроматограф в мкл,
А – 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-3 в анализируемой пробе вычисляют по формуле:

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

$C_{рп}$ – количество изофоса-3, найденное в хроматографируемой пробе, в мкг
А – 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.Алдошина "Определение остаточных количеств новых отечественных гербицидов изофоса-2, изофоса-3 в рисе и воде методом газожидкостной хроматографии с термионным детектором" в сб."Газовая хроматография пестицидов",Таллин,1972г, 178–185.

2. Ф.Р.Мельцер,К.Ф.Новикова,Т.В.Алдошина "Определение изофоса-2, изофоса-3, рипида и ядана 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 I8 ноября I977 г № I798. Методика опубликована в"Методических указаниях по определению микроколичеств пестицидов в продуктах питания, кормах и внешней среде",ч.IX,I979 г,стрI20-I24.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

Стр.

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 дурсбана 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

Стр.

6. Методические указания по определению остаточных количеств рицида "П" в рисе и воде газожидкостной хроматографией 93
7. Методические указания по определению метилнитрофоса, фенитроксона 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

I. 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 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 тендекса 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 дитана 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 байлетона методом ТСХ в почве, корнях, зеленых листьях, плодах томатов и огурцов I59
9. Методические указания по газожидкостно-хроматографическому определению бентазона в почве и растениях I66
I0. Методические указания по определению диквата в семенах подсолнечника и масле из семян подсолнечника спектрофотометрическим методом I74
II. Методические указания по определению метазина в воде, почве, овощах и биологическом материале методом хроматографии в тонком слое сорбента I8I
I2. Методические указания по определению остаточных количеств симм-триазиновых гербицидов (симазина, атразина, пропазина, прометрина, семерона, мезоранила, метазина, метопротрина) в почве газожидкостной хроматографией I88
I3. Методические указания по определению котофора в семенах хлопчатника методом хроматографии в тонком слое I98
I4. Методические указания по определению ронстара (оксидиазона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии 205
I5. Методические указания по определению тачигарена в воде методом тонкослойной хроматографии 209
I6. Методические указания по определению тербацила в эфирных маслах и эфиромасличном сырье методом газожидкостной хроматографии 2I4
I7. Методические указания по определению трифорина в воде 220
I8. Методические указания по определению остаточных количеств текто(тиабендазола) в картофеле и свекле тонкослойной хроматографией 227
I9. Методические указания по определению остаточных количеств феназона в почве, воде, свекле и растительных объектах газожидкостной хроматографией 234

Прочие пестициды

I. 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

I. Методические указания по определению микробиологических инсектицидов не прямым иммунофлюоресцентным методом 268
2. Методические указания по определению витамицина 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

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

gost.e-ecolog.ru