

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ  
ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ,  
БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОСНАМИ 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.Зачченко

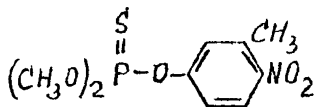
28 января 1980г.

№2132-80 —————

Методические указания по определению метилнитрофоса и  
фенилнитрооксона в зерне и продуктах переработки зерна хромато-  
энзимным и газо-хроматографическим методом

I. Краткая характеристика пестицидов

Метилнитрофос -О,О-диметил-О-(3-метил-4-нитрофенил)-тиофосфат



$C_9H_{12}O_5NPS$   
Мол.

масса 277,2

Синонимы: метатион, сумитион, фенилтротион, фолитион, польва-  
дофос, вататион, динатион, новотион, препарат 56600, Байер 41831,  
агратион-20.

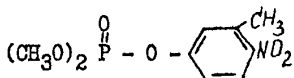
Химически чистый препарат - светлая жидкость со слабым  
неприятным запахом.  $T_{\text{кип.}} 95^{\circ}\text{C}$  при 0,01 мм.рт.ст.; плотность  
1,308; коэффициент преломления 1,5505; давление паров при  
 $20^{\circ}\text{C} - 6 \cdot 10^{-6}$  мм.рт.ст.; летучесть  $0,82 \text{ мг/м}^3$  при  $20^{\circ}\text{C}$ ;  
 $2,33 \text{ мг/м}^3$  при  $30^{\circ}\text{C}$ ;  $6,11 \text{ мг/м}^3$  при  $40^{\circ}\text{C}$ . Растворимость в во-  
де около 30 мг/л, хорошо растворяется в большинстве органичес-  
ких растворителей.

Препарат гидролизруется в щелочной среде (в 0,1 н. NaOH  
при  $30^{\circ}\text{C}$  период полураспада 3С минут). При нагревании выше  
 $100^{\circ}\text{C}$  изомеризуется и может разлагаться со взрывом. Хранить  
препарат необходимо в эмалированной или стеклянной таре, же-  
леза способствует разложению препарата. Выпускается в форме  
30 %-ного к.э. и 50 %-ного к.э.

ПДК в воздухе рабочей зоны  $0,1 \text{ мг/м}^3$ . ДОК в полевых  
культурах утверждены  $0,1 \text{ мг/кг}$ . В настоящее время рекомен-

дованы ДОК в зерне 1 мг/кг, муке 0,3 мг/кг, хлебе 0,1 мг/кг. Применяется в качестве контактного инсектицида и акарицида для борьбы с вредителями овощных, технических, плодовых культур, обработки незагруженных зернохранилищ, рекомендован для обработки зерна.

Фенитрооксон - 0,0-диметил-0-(3-метил-4-нитрофенил)-фосфат - токсический метаболит метилнитрофоса



$\text{C}_9\text{H}_{12}\text{O}_6\text{N P}$

Относ. мол.

масса 261,1

В чистом виде - светлая жидкость со слабым неприятным запахом.

2. Методика определения метилнитрофоса и фенитрооксона в зерне, муке, хлебе, отрубях хромато-энзимным и газо-хроматографическим методом.

### 2.1. Основные положения

#### 2.1.1. Принцип метода

Метод основан на извлечении метилнитрофоса (МНФ) и его токсического метаболита фенитрооксона из муки, хлеба, отрубей смесью органических растворителей (н-гексан - диэтиловый эфир 7:3), очистке охлажденным ацетоном и параллельном определении их в аликвотных частях пробы методом газо-жидкостной хроматографии и хроматографии в тонком слое с энзимным проявлением.

Газо-жидкостной хроматографией (ГЖХ) определение проводится на хроматографе марки "Цвет" с термоионным детектором (ТИД) с использованием в качестве неподвижной фазы 5% SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS, газа-носителя - азота. Этот метод позволяет раздельно определять метилнитрофос ( $t_{\text{уд.}}$  3,8) и фенитрооксон ( $t_{\text{уд.}}$  3 минут); чувствительность определения каждого - 0,001 мкг (т.е. 0,02 мг/кг при навеске муки, хлеба, отрубей 20 г). Количественное определение проводится по высоте пиков. Определению фенитрооксона мешает присутствие метафоса ( $t_{\text{уд.}}$  3,16 мин). Для идентификации в этом случае используется хромато-энзимный метод. Тонкослойно-хроматографическое определение с энзимным проявлением (ТСХЭ) основано на разделении соединений в тонком слое силикагеля КСК с подвижной фазой н-гексан - ацетон 4:1 и обнаружении их по способности угнетать холинэстеразу

(ХЭ). При этом идентификация их проводится как по величинам  $R_f$  ( $R_f$  МНФ 0,48, фенитрооксона 0,28) так и по условиям обработки. Так обнаружение фенитрооксона, являющегося Р=О аналогом метилнитрофоса, может быть проведено непосредственно после обработки пластинки субстратом, а для обнаружения МНФ необходима предварительная активация пестицида на пластинке бромом. Этот метод позволяет отдельно определять МНФ и фенитрооксон; чувствительность определения МНФ без активации 0,10-0,15 мкг, а с активацией бромом - 0,001 мкг (0,02 мг/кг) чувствительность определения фенитрооксона без активации 0,001 мкг (0,02 мг/кг). Определению метилнитрофоса мешает метафос ( $R_f$  метафоса 0,47).

#### 2.1.2. Метрологическая характеристика метода:

- Диапазон определяемых концентраций 0,5-50 мкг МНФ и фенитрооксона в анализируемой пробе;
- Предел обнаружения МНФ и фенитрооксона 0,001 мкг (0,025 мг/кг);
- Размах варьирования для МНФ и фенитрооксона 80-85% - методом ГЖХ и 75-105% методом ТСХЭ;
- Среднее значение определения стандартных количеств МНФ и фенитрооксона 81% (ГЖХ) и 89% (ТСХЭ);
- Стандартное отклонение при ГЖХ 4,2%, при ТСХЭ 8,3%;
- Относительное стандартное отклонение при ГЖХ - 0,05, при ТСХЭ - 0,09;
- Доверительный интервал среднего при  $p=0,95$  и  $n=5$  для МНФ и фенитрооксона методом ГЖХ  $81 \pm 4,9$ , методом ТСХЭ -  $89 \pm 9,8\%$ .

Сочетание указанных методов позволяет идентифицировать метилнитрофос и фенитрооксон в присутствии близкого к ним по химической структуре пестицида метафоса.

#### 2.2. Реактивы и растворы

Основной стандартный раствор пестицидов (А) - смесь стандартных растворов метилнитрофоса и фенитрооксона по 100 мкг/мл каждого (по 10 мг каждого вещества растворяют в ацетоне в мерной колбе емкостью 100 мл).

Рабочие стандартные растворы готовят разбавлением основного раствора "А".

Раствор "Б" - 0,5 мл раствора "А" доводят в мерной

колбе до 100 мл ацетоном (содержание каждого вещества составляет 0,5 мкг/мл).

Раствор "В" - 5 мл раствора "Б" доводят в мерной колбе до 25 мл (содержание каждого вещества 0,1 мкг/мл).

2.2.1. Для экстракции

Н-гексан, х.ч.

Диэтиловый эфир медицинский

Ацетон, х.ч.

Фильтры бумажные (красная лента)

2.2.2. К методу ГХ

Стационарная фаза - метилсиликоновый полимер SE-30 в количестве 5% на хроматоне N-AW -ДМС<sup>С</sup>, 100-120 меш

Водород

Азот особой чистоты, (содержание O<sub>2</sub> не должно превышать 0,003%)

Стекловата

2.2.3. К методу ТСХ с энзимным проявлением

Силикагель КСК, раздробленный и просеянный через сито 100 меш

Кальций серноокислый (CaS O<sub>4</sub> · 2H<sub>2</sub>O), прокаленный в течение 6 часов при 160°C

Бром

Индоксилацетат, ч.д.а. ТУ-7П-57-69

Калий железосинеродистый - 0,05 М раствор (1,645 г растворяют в 100 мл дистиллированной воды)

Калий железистосинеродистый - 0,05 М раствор (2,110 г - в 100 мл H<sub>2</sub>O)

Ортофосфорная кислота, х.ч.

Борная кислота, х.ч.

Уксусная кислота, ледяная

Едкий натр, х.ч.

Буферный раствор pH=8,69 - готовят раствор смеси ортофосфорной (2,1 мл), уксусной (2,3 мл), борной (2,47 г) кислот и доводят дистиллированной водой до 1 л. Для получения буфера с pH=8,69 к 100 мл указанного раствора прибавляют 65 мл 0,2 н раствора едкого натра, который готовят растворением 0,800 г NaOH в дистиллированной воде в мерной колбе емкостью 100 мл.

Ферментный препарат получают из печени крупного рогатого скота (свежую, однократно замороженную и сохраняемую в дальнейшем в холодильнике печень можно использовать в течение 6 месяцев). Для приготовления ферментного раствора 1 г печени растраивают в ступке с 9 мл буферного раствора и фильтруют через вату. К 1 мл полученной сыворотки прибавляют 4 мл буферного раствора и используют этот раствор для опрыскивания пластинок. Используют свежеприготовленный раствор.

Проявляющий реактив: 10 мг индоксиацетата растворяют в 6 мл этанола, прибавляют 6 мл дистиллированной воды (рН=8,69), 2 мл раствора железосинеродистого и 2 мл железистосинеродистого калия и хорошо перемешивают. Раствор готовят непосредственно перед опрыскиванием. На пластинку расходуются 3-4 мл смеси.

### 2.3. Приборы и посуда

#### 2.3.1. Для экстракции

Колбы конические плоскодонные с пробками, емкостью 250 и 100 мл

Воронки фильтровальные

Ротационный испаритель с набором колб емкостью 50 и 100 мл

Пробирки мерные с пробками емкостью 5-10 мл

#### 2.3.2. Для ГЖХ

Хроматограф марки "Цвет" с термоионным детектором

Баллон с азотом особой чистоты

Баллон с водородом

Колонки стеклянные, длина - 1 м, внутренний диаметр - 3 мм

Микрошприц на 10 мкл

#### 2.3.3. Для ТСХЭ

Стеклопластиковые пластинки размером 9 x 12 см

Камера для хроматографирования

Пульверизаторы стеклянные

Камера для опрыскивания

Компрессор или баллон с азотом или сжатым воздухом для равномерного мелкодисперсного опрыскивания пластинок

Пипетки на 1 мл, 5 мл, 10 мл



Мерные колбы емкостью 25 мл, 100 мл  
Микрошприцы на 10 мкл или микрошпигетки до 0,1 мл для  
нанесения стандартных растворов и проб  
Термостат Ш-35 с температурой нагрева 37-40°С  
Ступка керамическая

Эксикатор

2.4. Подготовка к определению.

2.4.1. Подготовка колонок для ГХ.

Используют готовую фазу SE-30 5% на хроматоне N-AW-DMS.

Если нет готовой фазы, 0,7 г SE-30 растворяют в небольшом количестве хлористого метилена и приливают в круглодонную колбу со шлифом, в которой находится 14 г носителя (хроматон N-AW-DMS), залитого полностью тем же растворителем. Тщательно перемешивают всю массу и выпаривают растворитель на ротационном испарителе досуха. Сухой остаток подсушивают в сушильном шкафу 4 часа при температуре 80°С. Приготовленный носитель хранят в склянке с притертой пробкой.

Для заполнения колонки один конец ее закрывают стеклянной ватой, а в другой через воронку засыпают носитель. Заполняют колонку постукиванием, закрывают второй конец тампоном из стеклянной ваты.

2.4.2. Приготовление пластинок для ТСХЭ

Для приготовления 12 пластинок берут 35 г силикагеля КСК, 2 г сернокислого кальция, приготовленного как описано выше и 90 мл дистиллированной воды. Силикагель с гипсом растирают в фарфоровой ступке, прибавляют воду и размешивают до образования однородной массы. 10 г суспензии наносят на пластинку и равномерно распределяют по поверхности. Сушат пластинки строго в горизонтальном положении в течении 18-20 часов при комнатной температуре, хранят в эксикаторе.

2.5. Описание определения метилнитрофоса и феинитрооксидов на зерне, отрубях, хлебе.

2.5.1. Экстракция

Для проведения исследований отбирается средняя проба зерна, муки, отрубей, хлеба весом 1 кг. Из каждой пробы (хлеб измельчают) для анализа методом квартования отбирается три навески по 20 г <sup>(из зерна по</sup> 50 г). Пробу заливают 50 мл смеси n-гексан - диэтиловый эфир 7:3 и оставляют на час, периодически встря-

живая. Сливают растворитель через фильтр, пробу заливают новой порцией экстракта и экстрагируют еще час. Объединяют обе порции экстракта, сушат безводным сернокислым натрием в течение 15 мин и переносят в прибор для отгонки растворителей. Упаривают растворитель до объема ~ 1 мл под вакуумом на ротационном испарителе при температуре бани не более 45°C, т.к. летучесть МНФ резко увеличивается с повышением температуры. Остатку растворителя дают испариться на воздухе при комнатной температуре. Сухой остаток смывают охлажденным при 0°C ацетоном и, фильтруя раствор через бумажный фильтр, переносят в мерную пробирку. Оставляют на 15 мин, а затем ~~кратко~~ доводят объем ацетона до 5 мл при комнатной температуре. Из этой пробы проводят определение методом ГЖХ и ТСХЭ.

#### 2.5.2. Метод аналитического определения

##### 2.5.2.1. Газо-жидкостная хроматография.

Условия хроматографирования. Шкала электрометра  $2 \cdot 10^{-10}$  а. Скорость движения ленты самописца 200 мм/час. Температура колонки 190°C, испарителя - 220°C. Расход газа: азота 22-24 мл/мин; водорода 15-17 мл/мин; воздуха 24 л/час. Вводимый объем 2-5 мкл раствора. Линейность детектирования соблюдается для метилнитрофоса в пределах от 1 до 10 нг, для фенинтроксона от 0,5 до 6 нг.

Время удерживания препаратов: метилнитрофос 3,8 мин; фенинтроксон 3 мин; время удерживания по метафосу: метилнитрофоса 1,2; фенинтроксона 0,95.

Содержание препаратов в пробе вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot V \cdot H \cdot 1000}{V_a \cdot H_a \cdot P}, \text{ где}$$

- X - содержание пестицида в пробе, мг/кг
- C - количество пестицида в стандарте, мкг
- V<sub>a</sub> - объем экстракта, введенный в хроматограф, мкл
- V - общий объем экстракта (5 мл), мл
- H - высота пика пробы, мм
- H<sub>a</sub> - высота пика стандартного раствора, мм
- P - масса пробы взятой для анализа, г

## 2.5.2.2. Тонкослойная хроматография с ферментным проявлением.

С целью уменьшения краевого эффекта с хроматографической пластинки снимают с краев вдоль направления движения подвижной фазы (со стороны 12 см) по 2-3 мм слоя сорбента. Затем вдоль этой же стороны пластинку разделяют полосами на 4 равные части. На  $R_f$  1-ю и 3-ю полосы на расстоянии 1,5 см от нижнего края наносят по 10 мкл стандартных растворов "Б" и "В", т.е. по 0,001 мкг и 0,005 мкг действующих веществ, на 2-ю и 4-ю - 2 и 10 мкл соответственно пробы. Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которую налита смесь н-гексан - ацетон 4:1 за 30 мин до хроматографирования.

Когда фронт растворителя поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры и дают растворителю испариться. Пластинку помещают на 1 мин в эксикатор, насыщенный парами брома. Затем после удаления избытка брома с пластинки (~60 мин) ее обрабатывают ферментным раствором и инкубируют в течение 40-50 мин в насыщенном водными парами термостате при температуре 38°C. (для увлажнения в сушильном шкафу ставят чашку Петри с водой). После инкубации пластинки опрыскивают проявляющим раствором и помещают в термостат при 38°C. Метилнитрофос и фениantroоксон проявляются в течение 10-30-мин в виде белых пятен на голубом фоне,  $R_f$  0,48 и 0,28 соответственно, чувствительность обнаружения каждого 0,001 мкг. П-нитрокрезол этим методом не обнаруживается, фениantroоксон может быть также обнаружен указанным методом, если исключить стадию активации; в этом случае чувствительность обнаружения метилнитрофоса на 4 порядка ниже.

Количественное определение проводят путем сравнения площади пятна пробы с наиболее близкой к нему ней по величине площадью стандарта. Пропорциональная зависимость площади пятна от концентрации соблюдается в пределах от 0,001 мкг до 0,01 мкг. Содержание препарата в пробе (мг/кг) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{a \cdot S_2 \cdot V \cdot 1000}{S_1 \cdot V_1 \cdot P}, \text{ где}$$

- $a$  - содержание препарата в стандарте, мг/мкг  
 $S_1$  - площадь пятна стандарта, мм<sup>2</sup>  
 $S_2$  - площадь пятна пробы, мм<sup>2</sup>  
 $V_1$  - объем экстракта, нанесенного на пластинку, мкл  
 $V$  - общий объем экстракта, мл  
 $P$  - масса пробы, взятой для анализа, г

#### 2.6. Обработка результатов анализа.

Обработка результатов анализа, проведенного методом ГЛХ приведена в п.2.5.2.1., методом ТСХЭ - в п.2.5.2.2.

2.7. Настоящие методические указания разработаны М.А.Клисенко, М.В.Письменной, ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимерных и пластических масс, г. Киев.

#### 3. Требования безопасности.

Соблюдаются требования безопасности обычно рекомендуемые для работы с химическими реактивами.

#### 4. Литература

Н.Н.Мельников. Химия и технология пестицидов. Изд. "Химия", М. 1974, с. 518.

## СО 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 вольфсона 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-эпизимом 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, фенилнитрооксона 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, 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 байлетона 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, семазона, 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 ронстарга (оксидизона) в рисе методами газовой и тонкослойной хроматографии . . . . .	205
15. Методические указания по определению тагигагена 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