EUGENIA MARIA RUTCZYŃSKA-SKONIECZNA, HALINA MIKKE, ANDRZEJ SNYCERSKI

METODA OZNACZANIA DIELDRINU W MLEKU

Z Zakładu Badania Żywności i Przedmiotów Użytku Państwowego Zakładu Higieny w Warszawie
Kierownik: prof. dr *M. Nikonorow*

Opracowano półilościową metodę oznaczania dieldrinu w mleku przy zastosowaniu chromatografii cienkowarstwowej.

Dieldrin stosowany do zaprawiania nasion w uprawach polowych i warzywniczych z wyjątkiem nasion marchwi, rzodkiewki, rzodkwi, buraków i innych korzeniowych [1], nie rozkładający się pod działaniem wody, alkalii, zasad organicznych i słabych kwasów [2], wykazuje dużą trwałość w glebie, według niektórych autorów — szereg lat [3]. Zwiększa to możliwość jego przechodzenia do paszy bydła.

Dieldrin łatwo resorbowany z przewodu pokarmowego zwierząt przedostaje się do mleka, ponadto kumuluje się w tkance tłuszczowej, wątrobie, nerkach, mózgu [3].

Z ustroju wydalany jest powoli, co wiąże się z długotrwałym skażeniem mleka tym związkiem.

Silna toksyczność dieldrinu powoduje konieczność kontroli produktów pochodzenia zwierzęcego na obecność tego pestycydu.

Celem pracy było przygotowanie metody oznaczania śladowych ilości dieldrinu w mleku w oparciu o proponowane przez FAO/WHO granice praktycznych pozostałości tego związku, wynoszące: 0,005 mg/kg mleka i 0,125 mg/kg produktów mlecznych [4].

Wykorzystując doświadczenia *Onley'a* [5], *Millsa* [6], *Klisenki* i *Jurkowej* [7] opracowano półilościową metodę oznaczania dieldrinu w mleku.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Zasada metody. Metoda polega na ekstrakcji dieldrinu z odbiałczonego mleka, oczyszczeniu wyciągu i identyfikacji związku metodą chromatografii cienkowarstwowej.

Przedmiotem badań były próby mleka spożywczego oraz próby fortyfikowane z zawartością 0,01 i 0,02 mg dieldrinu w litrze. Odbiałczanie mleka wykonywano wg metody *Parys* [8]. Próby oczyszczania odbiałczonych wyciągów po wstępnym oczyszczeniu acetonitrylem przeprowadzono na długich kolumnach, wypełnionych każda innym adsorbentem w ilości 21 g, wg niżej podanego składu: 1) tlenek glinu + celit 545 (stos. 2 : 1), 2) tlenek glinu, 3) celit 545, 4) tlenek glinu + celit 545 + tlenek magnezu *) (stos. 1 : 1 : 1), 5) tlenek magnezu + celit (stos. 2 : 1), 6) tlenek magnezu, 7) KOH (sproszkowany) + tlenek glinu + florisil (stos. 6 : 1 : 6) [10].

*) — Tlenek magnezu krajowej produkcji przygotowano wg Millsa i wsp. [9].

Ponadto wypróbowano zdolność czyszczenia kolumn krótkich, zawierających 9—13,5 g adsorbenta w mieszaninach: 1) tlenek glinu (6 g) + celit 545 (3 g), 2) tlenek glinu (9 g) + celit 545 (4,5 g), 3 tlenek magnezu (4 g) + tlenek glinu (4 g) + celit 545 (4 g).

Najlepszy efekt czyszczenia uzyskano na kolumnie krótkiej, zawierającej 9 g adsorbenta: tlenek glinu (6 g) i celit 545 — (3 g). Pozostałe adsorbenty albo wychwytywały wzorce, albo nie dawały zadowalających wyników przy adsorbowaniu zanieczyszczeń. Dla ustalenia właściwego adsorbenta do powlekania płytek przeprowadzano porównawcze próby między:

1) Silica żelem, typ DF 5 (Rotha) z dodatkiem 13% szybkowiążącego gipsu; 2) Silica żelem G (Serva); 3 tlenkiem glinu G wg Stahla (Mercka).

Wybrano tlenek glinu, na którym obserwuje się wyraźniejsze ciemne plamy chloroorganicznych pestycydów przy równoczesnym zachowaniu jasnego tła płytki.

Rozwijając chromatogram — w celu uzyskania możliwie najlepszego rozdziału pestycydów, których obecność w mleku, np. DDT i jego metabolitów czy HCH może zakłócać oznaczenie dieldrinu — przebadano 10 wariantów fazy ruchomej:

— n-heksan sam i z dodatkiem 1% acetonu lub 2% eteru etylowego;
— n-heptan z dodatkiem 1% i 2% acetonu;
— n-heptan z dodatkiem 2% eteru naftowego względnie etylowego;
— benzen, chloroform sam i w mieszaninie z metanolem w stos. 9 : 1.

Wykluczono: a) benzen, chloroform i chloroform z metanolem ponieważ powodowały umiejscawianie się plam niemal tuż przy czole rozpuszczalnika; b) n-heptan z 2% eteru naftowego, gdyż plamy powstawały w odległości zaledwie kilku mm od punktu startu.

Za najwłaściwsze i równorzędne fazy ruchome uznano mieszaniny: a) n-heksanu z 1% acetonu oraz b) n-heptanu z 1% acetonu.

Rozwijanie chromatogramu w mieszaninie pierwszej powoduje nieco wyższe układanie się plam naniesionych wzorców. Ze względu na trudności natury technicznej pracowano na n-heptanie z 1% acetonu. Wykorzystanie w. wym. mieszaniny dało zadowalający rozdział aldrinu, dieldrinu, DDT, DDD, zarówno we wzorcach jak w fortyfikowanych próbach mleka.

W żadnej z faz ruchomych przy użyciu wymienionych adsorbentów nie udało się rozdzielić plam wzorców aldrinu i DDE. Nie otrzymano również rozdziału plam wzorców DDD i HCH, które układały się w pobliżu plam dieldrinu. Dopiero wykorzystując doświadczenie *Millsa* [6] zastosowane ogrzewanie roztworów wzorców i eluatu z etanolowym roztworem KOH powodowało zanik plam HCH i wyraźny rozdział dieldrinu od pozostałych 2 związków (DDD i HCH).

Uzyskano w ten sposób możliwość dokładnego zidentyfikowania dieldrinu na płytkach chromatograficznych, pod warunkiem, że zastosowany wzorzec również podlegał ogrzewaniu jak wyżej.

Nasuwa się przypuszczenie, że ogrzewanie z etanolowym roztworem KOH powoduje przekształcenie przebadanych pestycydów, łącznie z dieldrinem do ich metabolitów, których wartości R_f są wyższe od wartości R_f dieldrinu.

Aparatura i sprzęt. Poza aparaturą i sprzętem stanowiącymi normalne wyposażenie laboratorium były niezbędne:

1) suszarka elektryczna „Fen"; 2) lampa kwarcowa o długości fali światła 2570 Å i o mocy 30 W; 3) płytki szklane do chromatografii dokładnie oszlifowane o wymiarach: 20 × 10 × 0,5 cm; 4) koszyczek metalowy z blachy perforowanej do suszenia płytek o wymiarach 20,5 × 14 × 20,5 cm z 4 listwami umieszczonymi na ścianie stanowiącej wysokość koszyczka, w odległości 2—2,5 cm od siebie. Listwy służą do podtrzymywania płytek w czasie suszenia; 5) eksykator o średnicy wewnętrznej około 30 cm; 6) zestawy na szlify: a) do destylacji eteru naftowego, b) do redestylacji

wody; 7) 2 komory do chromatografii o wymiarach: 20 × 20 × 12 cm z płytką szklaną szczelnie przylegającą; 8) 2 rynienki szklane do chromatografii długości ok. 14 cm; 9) kolumny szklane do chromatografii długości 85 i 21 cm oraz średnicy 1,4 cm.

Szkło. 1) probówki stożkowe do zagęszczania eluatu poj. ok. 10 ml; 2) kolby stożkowe lub okrągłodenne poj. ok. 100 ml z doszlifowaną chłodnicą zwrotną; 3) rozpylacz szklany do spryskiwania chromatogramu; 4) rozdzielacze: gruszkowe poj. 1 l i 2 l oraz cylindryczne poj. 125 ml; 5) kolby ssawkowe poj. ok. 500 ml; 6) kolby miarowe poj. 50 ml i 100 ml; 7) zlewki poj. 250 ml i 400 ml; 8) cylindry miarowe poj.: 10 ml, 25 ml, 50 ml, 100 ml, 500 ml; 9) lejki szklane o średnicy 10 cm z szeroką nóżką; 10) szkiełka zegarkowe o średnicy 10 cm, 12 cm; 11) pipety mikrobiologiczne poj. 5 ml; 12) mikropipety poj. 0,1 ml normalne oraz ze zwężonym wylewem do nakraplania płytek; 13) moździerz porcelanowy z pistlem o średnicy ok. 10 cm; 14) bagietki szklane.

Odczynniki. 1) eter naftowy oczyszczony, frakcja 40—60°C.

Eter techniczny i czysty oddestylować na łaźni wodnej zbierając frakcję 40—60°C. Do rozdzielacza poj. 2 l wlać ok. 1,5 l przedestylowanego eteru i wytrząsać kolejno (3—4 razy) ze stężonym kwasem siarkowym cz. d. a., biorąc każdorazowo po 100 ml kwasu.

Po ostatnim wytrząsaniu kwas siarkowy powinien być co najwyżej jasno-słomkowy (kwas z trzeciego i czwartego przemywania można użyć do pierwszego czyszczenia dalszej porcji eteru). Następnie eter naftowy przemywać kilkakrotnie wodą destylowaną do reakcji obojętnej, sprawdzając odczyn wody papierkiem uniwersalnym. Po oddzieleniu wody wytrzeć szyjkę rozdzielacza i przelać eter (górą) do suchej butli, dodając przy delikatnym mieszaniu bezwodny siarczan sodowy w ilości ok. 50 g/l eteru. Po 24 godz. eter zlać znad siarczanu i destylować powtórnie, zbierając frakcję 40—60°C. Z eterem cz. d. a. postępować identycznie, pomijając pierwszą destylację.

2) acetonitryl oczyszczony, nasycony eterem naftowym.

Acetonitryl techniczny destylować na łaźni wodnej, zbierając frakcję 81—82°C (temp. destylacji nie może przekroczyć 82°C). Przedestylowany acetonitryl (500 ml) wytrząsać 3—4 min. w rozdzielaczu ze 100 ml eteru naftowego. Po rozdzieleniu się warstw — warstwę acetonitrylową (dolną) przenieść do suchego naczynia z korkiem szlif.

3) aceton cz. d. a.; 4) kwas siarkowy stężony (c. wł. 1,84) cz. d. a.; 5) nasycony roztwór chlorku sodu; 6) sodu siarczan bezwodny suszony w temp. 140° przez 5—6 godz.; 7) 2%-owy wodny roztwór siarczanu sodu; 8) tlenek glinu G do chromatografii cienkowarstwowej (Mercka) wg Stahla; 9) tlenek glinu do chromatografii kolumnowej (Mercka) wg Brockmanna, aktywowany w suszarce w temp. 105° przez 1 godz. (Studzić w szczelnie zamkniętym naczyniu); 10) celit 545; 11) KOH — 2%-owy roztwór w absolutnym etanolu; 12) etanol 50%-owy; 13) azotan srebra — roztwór 0,5%-owy w metanolu — 0,5 g krystalicznego $AgNO_3$ rozpuścić w kilku kroplach wody redestylowanej w kolbce miarowej poj. 100 ml, a następnie uzupełnić metanolem do kreski. 14) n-heptan (Adlershof, Berlin) cz.; 15) n-pentan ok. 99%-owy (Mercka); 16) woda redestylowana; 17) wata szklana; 18) papierki uniwersalne; 19) wzorzec dieldrinu w n-pentanie — 50 mg dieldrinu rozpuścić w kolbce miarowej poj. 50 ml w n-pentanie. 1 ml zawiera 1 mg dieldrinu (roztwór A).

5 ml roztworu A przenieść do kolbki miarowej poj. 50 ml i uzupełnić n-pentanem do kreski. 1 ml tak przygotowanego roztworu zawiera 0,1 mg (100 μg) dieldrinu (roztwór B).

Wzorzec przed naniesieniem na płytkę należy przygotować w sposób opisany w p. 3a.

Wykonanie oznaczenia. 1) odbiałczanie i ekstrakcja.

Do zlewki poj. 400 ml ze zwitkiem ok. 1 g waty szklanej, odmierzano 50 ml mleka i mieszając łagodnie bagietką — 100 ml acetonu. Sączono przez szklaną watę włożoną dość luźno do lejka szklanego z szeroką nóżką, umieszczonego w rozdzielaczu poj. 1 litra. Watę szklaną w zlewce wyciskano dobrze bagietką, a następnie popłukiwano zlewkę dwa razy acetonem biorąc każdorazowo po 25 ml i sączono jak poprzednio.

Do zlewki odmierzano 100 ml eteru naftowego, mieszano dobrze jej zawartość i sączono do rozdzielacza, przez ten sam lejek. Zlewkę z watą szklaną popłukiwano dwa razy po 50 ml eterem naftowym i sączono do rozdzielacza. Po każdym obmyciu acetonem lub eterem naftowym wyciskano bagietką watę w zlewce. Po dokładnym skłóceniu zawartości rozdzielacza, dodawano 300 ml wody destylowanej i 10—15 ml nasyconego roztworu NaCl. Wytrząsano przez 5 min. i dla rozdzielenia się warstw odstawiano na 10 min.

Warstwę wodną odrzucano, wyciąg eterowy przelewano górą rozdzielacza do czystej zlewki poj. 400 ml, uważając aby nie przeszły krople roztworu wodnego. Rozdzielacz popłukiwano cztery razy po 10 ml eterem naftowym, dodając popłuczyny do wyciągu.

Wyciąg eterowy zagęszczano do obj. ok. 10 ml, przepuszczając strumień powietrza z fena *) lub przez ssanie pompką wodną poprzez szklaną rurkę, której koniec znajdował się blisko powierzchni wyciągu. Zagęszczony roztwór przenoszono ilościowo do małego rozdzielacza poj. 125 ml, przemywając zlewkę trzykrotnie eterem naftowym porcjami po 5 ml.

Popłuczyny przenoszono do tego samego rozdzielacza. Do wyciągu eterowego w małym rozdzielaczu dodawano 25 ml acetonitrylu, dokładnie wytrząsano przez 3 min. i po rozdzieleniu się warstw, warstwę acetonitrylową przenoszono do dużego (czystego) rozdzielacza poj. 1 litra, zawierającego 600 ml 2%-wego wodnego roztworu siarczanu sodu. Pozostały w małym rozdzielaczu eter naftowy ekstrahowano trzykrotnie po 3 min. acetonitrylem, biorąc za każdym razem po 25 ml i przenosząc wyciągi acetonitrylowe do rozdzielacza z wodnym roztworem siarczanu sodu.

Po czwartej ekstrakcji eter naftowy odrzucano. Do wodno-acetonitrylowego wyciągu dodawano 100 ml eteru naftowego, wytrząsano przez 1 min. i zostawiano do rozdzielenia się warstw. Warstwę wodną odrzucano, a eterową przemywano dwa razy wodą destylowaną, biorąc za każdym razem po 100 ml. Po rozdzieleniu się warstw popłuczyny wodne zawsze odrzucano.

Warstwę eterową sączono do zlewki poj. 250 ml przez bezwodny siarczan sodu (około 20 g) umieszczony w lejku na bibułowym sączku. Rozdzielacz i siarczan sodu na lejku przemywano eterem naftowym, trzy razy po 10 ml. Wyciąg w zlewce zagęszczano pod fenem do obj. około 10 ml.

2) oczyszczanie wyciągu na kolumnach 2%-owym roztworem KOH

a) przygotowanie kolumn.

Do wymytej mieszaniną chromową i wysuszonej kolumny (dł. — 85 cm) z wylotem zabezpieczonym zwitkiem waty szklanej wsypywano kolejno: bezwodny siarczan sodowy (ok. 5 g), mieszaninę tlenku glinu do chromatografii kolumnowej (6 g) starannie wymieszana z celitem (3 g) oraz warstwę bezwodnego siarczanu sodowego (ok. 5 g).

b) czyszczenie na kolumnie.

Tak przygotowaną kolumnę przemywano 40 ml eteru naftowego. Gdy ostatnia porcja eteru osiągała górną warstwę adsorbenta— odłączano kolbę ssawkową i usuwano z niej eter. Zagęszczony w zlewce wyciąg przenoszono na kolumnę, włączono

*) — Zagęszczanie pod fenem prowadzono zawsze w strumieniu zimnego powietrza.

pompę i gdy słupek cieczy był nie wyższy niż 1—2 mm nad powierzchnią adsorbenta, zlewkę i kolumnę przemywano trzema kolejnymi porcjami po 5 ml, a następnie eluowano 125 ml eteru naftowego.

Po opadnięciu ostatnich kropli, przenoszono roztwór z kolby ssawkowej do czystej zlewki poj. 250 ml, a kolbę ssawkową popłukiwano trzy- cztery razy eterem naftowym (łącznie ok. 20 ml eteru), wlewając popłuczyny do tej samej zlewki. Eluat zagęszczano pod fenem do obj. ok. 10 ml.

c) czyszczenie etanolowym roztworem KOH.

Zagęszczony eluat przenoszono ilościowo do kolbki stożkowej lub okrągłodennej ze szlifem poj. 100 ml i odparowywano do sucha za pomocą szklanej rurki, umieszczonej tuż nad powierzchnią płynu, połączonej z pompą próżniową. Do suchej pozostałości w kolbce dodawano 15 ml 2%-owego etanolowego roztworu KOH i pod chłodnicą zwrotną ogrzewano przez 30 min. we wrzącej łaźni wodnej, po czym studzono do temp. pokojowej.

Roztwór z kolbki przenoszono ilościowo do rozdzielacza poj. 125 ml, popłukując kolbę 50 ml eteru naftowego, a następnie 15 ml wody. Zawartość rozdzielacza dokładnie wytrząsano, a po rozdzieleniu się warstw — warstwę wodną przenoszono do drugiego rozdzielacza poj. 125 ml. Warstwę wodną (w drugim rozdzielaczu) ekstrahowano 25 ml eteru naftowego.

Po rozdzieleniu się warstw, odrzucano warstwę wodną, a eterową przenoszono do pierwszego rozdzielacza. Połączone wyciągi eterowe w pierwszym rozdzielaczu przemywano wytrząsając 3 min. dwiema porcjami po 20 ml 50%-owego etanolu. Każdorazowo warstwę etanolową odrzucano. Warstwę eterową przepuszczano przez kolumnę (21 cm) umieszczoną w kolbie ssawkowej, z zabezpieczonym watą szklaną wylotem i zawierającą 10—15 g bezwodnego siarczanu sodowego.

Rozdzielacz i kolumnę przemywano trzy razy eterem naftowym, zużywając łącznie około 20 ml eteru.

Eluat z kolby ssawkowej przenoszono ilościowo do zlewki poj. 250 ml i zagęszczano pod fenem do obj. ok. 10 ml. Następnie powtórnie przepuszczano przez kolumnę (85 cm), zawierającą bezwodny siarczan sodowy i mieszaninę tlenku glinu z celitem, postępując jak opisano wyżej, po czym przenoszono do zlewki poj. 250 ml dla zagęszczenia pod fenem do obj. ok. 5 ml.

Zagęszczony eluat przenoszono ilościowo do probówki stożkowej poj. ok. 10 ml, dokładnie popłukiwano zlewkę (pięć — sześć razy) eterem naftowym, biorąc każdorazowo po ok. 0,7 ml eteru.

Zagęszczano roztwór do obj. ok. 0,2 ml za pomocą pompy próżniowej.

Tak przygotowany wyciąg służył do nanoszenia na płytki. W identyczny sposób przygotowywano próbę fortyfikowaną, tzn. próbę mleka, do której przed odbiałczeniem dodano 0,5 lub 1 μg dieldrinu.

3) oznaczanie dieldrinu.

a) przygotowanie wzorca.

Do kolbki stożkowej lub okrągłodennej ze szlifem, poj. 100 ml zawierającej ok. 10 ml eteru naftowego, odmierzano 1 ml roztworu wzorcowego dieldrinu — 100 μg (Roztwór B pkt. 19 — odczynniki). Następnie postępowano w sposób identyczny jak w pkt. 2c) poczynając od słów: „... i odparowywano do sucha za pomocą szklanej rurki umieszczonej tuż nad powierzchnią płynu...". Po ekstrakcjach i oczyszczeniu na kolumnie eluat zagęszczano do obj. 5 ml, a następnie przenoszono ilościowo do kolbki miarowej poj. 10 ml i uzupełniano eterem naftowym do kreski. 1 ml tak przygotowanego wzorca odpowiadał 10 μg dieldrinu.

b) powlekanie płytek.

Płytkę dokładnie wymywano wodą z mydłem — spłukiwano wodą destylowaną, suszono, odtłuszczano 96%-ówym etanolem i powlekano ręcznie (lub aparatem) za-

wiesiną 1 g tlenku glinu do chromatografii cienkowarstwowej w 3 ml wody redestylowanej. Zawiesinę przygotowywano mieszając przez 30 sek. ruchem kołowym, unikając wstrząsania. Płytkę suszono w temp. pokojowej przez ok. 30 min. do zastygnięcia warstwy adsorbenta, a następnie w suszarce w temp. 105° przez dalsze 30 min. i studzono w eksykatorze.

c) wymywanie płytek.

W celu usunięcia chlorków z adsorbenta umieszczano płytkę w komorze chromatograficznej, wyłożonej zwilżoną bibułą i zawierającej w rynience 10 ml wody redestylowanej. Płytkę wyjmowano gdy czoło fazy ruchomej (woda) osiągało wysokość ok. 2,5 cm od górnej krawędzi płytki. Podsuszano na powietrzu przez 15 min. chroniąc od światła, a następnie wstawiano do suszarki o temp. 105°C na 45 min. po czym studzono w eksykatorze.

d) wykonanie oznaczenia.

Na kolejne tory płytki pokrytej tlenkiem glinu G (pkt. 3b) i wymytej (pkt. 3c), nanoszono mikropipetą w odległości 2,5 cm od dolnej krawędzi płytki (punkt startu): zagęszczony wyciąg próby badanej (całą zawartość probówki) oraz eter naftowy z kilkakrotnego przemycia tej probówki.

— Roztwory wzorca dieldrinu przygotowane wg pkt. 3a w ilościach: 0,05; 0,08; 0,1 ml, co odpowiada 0,5; 0,8 i 1 μg dieldrinu.

— Zagęszczony wyciąg mleka fortyfikowanego z zawartością 0,5 lub 1 μg dieldrinu przygotowany w sposób identyczny jak próba badana. Płytkę wstawiano do komory przygotowanej w sposób następujący: 25 ml n-heptanu z 1%-owym dodatkiem acetonu, zwilżano bibułę filtracyjną, osłaniającą 3 ścianki komory i po jej szczelnym zamknięciu pozostawiano na 30 min. Następnie możliwie szybko umieszczano w komorze rynienkę zawierającą 15 ml wyżej podanej mieszaniny n-heptanu z acetonem, wstawiając do niej natychmiast płytkę.

Komorę szczelnie zamykano i rozwijano chromatogram do wysokości 13 cm od linii startu. Przed wyjęciem zaznaczano na płytce czoło fazy ruchomej. Po rozwinięciu chromatogramu płytkę zostawiano w ciemności na ok. 15 min. (celem wyparowania rozpuszczalnika), a następnie spryskiwano odczynnikiem (pkt. 13 — odczynniki) — 0,5%-owy $AgNO_3$ w metanolu. Płytkę umieszczano na 45 min. pod lampą kwarcową nie włączając światła przez pierwsze 15 min., po czym naświetlano przez następne 30 min. w odległości ok. 17 cm od źródła światła.

Porównując wartości R_f, intensywność wywołanej plamy próby badanej i fortyfikowanej z plamami wzorców — można określić obecność oraz zawartość dieldrinu w mleku.

Opisaną metodą wykrywa się ok. 0,01 mg dieldrinu w 1 litrze mleka, przy odzyskiwalności ok. 80%.

Э. М. Рутчиньска-Сконечна, Х. Микке, А. Сныцерски

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕЛЬДРИНА В МОЛОКЕ

Содержание

Обработан полуколичественный метод определения дельдрина, применяя хроматографию в тонком слое. Чувствительность метода 0,01 мг дельдрина в I литре молока при получении обратно около 80%.

E. M. Rutczyńska-Skonieczna, H. Mikke, A. Snycerski

A METHOD FOR THE DETERMINATION OF DIELDRIN IN THE MILK

Summary

A semiquantitative thin layer chromatographic method for the determination of dieldrin in the milk was elaborated. The detectability limit of the method lies at 0.01 mg of dieldrin per 1 litr of the milk, the recovery amounting to about 80%.

PIŚMIENNICTWO

1. I. O. R. Zalecenia ogólne na rok 1969, dotyczące chemicznego zwalczania chorób, szkodników oraz chwastów roślin uprawnych. Poznań, 1969. — 2. *Maier-Bode H.*: Pflantzenschutzmittel-Rückstände Verlag Eugen Ulmer, Stuttgart, 1965. — 3. *Rusiecki W.*: Toksykologia środków ochrony roślin, PZWL, Warszawa, 1966. — 4. FAO/march 1969. Genève. — 5. *Onley J. H.*: J. AOAC, 1964, 47, 317. — 6. *Mills P. A.*: J. AOAC, 1959, 42, 734. — 7. *Klisenko A. M.*: *Yurkowa Z. F.*: Gigiena i Sanitaria, 1967, 32, 59. — 8. Parys J.: Roczniki PZH 1969, 20, 165. — 9. Mills P. A., *Onley J. H.*, *Gaither* WHO Report of the Sixth Session Codex Commitee on Pesticide Residues. — 4-14 *R. A.*: J. AOAC, 1963, 46, 186. — 10. *Czeglédi-Janko G.*, *Cieleszky V.* Analyst 1968, 93, 445.

Dn. 4 - IV - 1970 r.
Warszawa, ul. Chocimska 24