

лизованной субстанций колориметрическим методом с применением дитизона. Сравнительные определения провели при помощи спектрофотометра и фотоколориметра. Чувствительность метода — 0,1 мг/кг зерна и 0,02 мг/кг ткани животных. Процент выявленной ртути при количествах 1—10 μg составляет 70—84%.

Szprengier T. — **The determination of mercury in biological material.**

The method for the determination of microgram amounts of mercury in plant and animal tissues has

been described. The digesting procedure was performed by means of sulphuric and nitric acids in the glass apparatus. After digestion the solution was treated with dithizone, and mercury content determined spectrophotometrically. The results obtained with spectrophotometer and photocolormeter were compared. The sensitivity of the method equaled 0,5 μg of mercury in the sample. It was possible to find 0.02—0.1 ppm of mercury depending upon the investigated material. The recoveries of 70—84% in the samples containing 1—10 μg of mercury have been confirmed.

MARIA ROMANOWSKA

Wykrywanie Foschloru w materiale biologicznym metodami Pokrowskiego i chromatografii cienkowarstwowej

Zakład Higieny Weterynaryjnej w Lublinie

Kierownik: dr T. DĄBROWSKI

Jednym z najczęściej stosowanych w Polsce insektycydów fosforoorganicznych jest Foschlor (Neguvon, Bayer L 13—59, Chlorofos, Trichlorofon), zawierający dipterex (o:o-dwumetylofosfonian-2,2,2-trójchloro-1-hydroksyetylu), zaliczony do III klasy toksyczności. Jego dawka DL_{50} per os dla szczura wynosi 450—650 mg/kg. Foschlor stosowany jest w ochronie roślin m.in. do niszczenia gąsienic motyli, chrząszczy, a w postaci preparatu Neguvon do zwalczania larw gza bydłęcego. Z uwagi na dużą trwałość tego insektycydu należy zachować ostrożność przy wykorzystywaniu roślin traktowanych tym preparatem. Dopuszczalna zawartość Foschloru w trawie łąkowej i naci buraczanej wynosi 3 mg/kg. W trakcie przeprowadzonych z zastosowaniem tego preparatu masowych akcji stwierdzono u zwierząt około 0,02% padnięć (1).

Materiały pochodzące od zatrutych zwierząt dostarczane są do analizy najczęściej w ciągu kilku dni po przeprowadzeniu ich sekcji. Dlatego też celowym było, co jest tematem niniejszej pracy, ustalenie w warunkach *in vitro* okresu trwałości Foschloru w materiałach biologicznych, co pozwoliłoby na ustalenie dogodnego terminu (zakresu czasu), przed upływem którego należy wykonać analizy.

Materiał i metody

Użyty do badań zawierający 50% dipterexu Foschlor R-50 (produkcji Zakładów Chemicznych „Azot w Jaworznie”) który po 10 mg dodawano do 100 g treści:

a) zvacza krowy, b) żołądka świni, c) żołądka konia.

Próby przechowywano w szklanych słoikach typu Wecka w temperaturach od -10° do $+40^{\circ}$. Celem uzyskania odpowiedniego pH dodawano do prób 10% HCl względnie 10% NH_4OH .

Do wykrywania Foschloru zastosowano zmodyfikowaną metodę Pokrowskiego (3) oraz zaadoptowaną przez autora metodę chromatografii cienkowarstwowej wg Zadrozińskiej (4, 5, 6). 10 g badanego materiału 3-krotnie ekstrahowano (po 20 ml) chloroformem i po-

łączone ekstrakty odparowywano na łaźni wodnej ($+40^{\circ}$) do sucha. Pozostałość rozpuszczano w 5 ml wody destylowanej, uzyskany roztwór sączono, 3-krotnie przemywano (po 5 ml) eterem naftowym. Warstwę eterową wytrząsano 3-krotnie (po 5 ml) nasycionym wodnym roztworem chlorku sodowego, połączone wodne wyciągi przemywano 5 ml eteru naftowego i 3-krotnie (10 ml i 2×5 ml) chloroformem. Zebrane chloroformowe wyciągi suszono bezwodnym siarczanem sodowym i zagęszczano na łaźni wodnej ($+40^{\circ}$) do objętości 1 ml. Zagęszczony wyciąg nakrapiano na płytki szklane pokryte żelazem krzemionkowym (grubość warstwy 0,2 mm), aktywowane w temperaturze $+110^{\circ}$ w ciągu 1/2 godziny. Chromatogramy na odległość 10 cm rozwijano w układzie chloroform + metanol (9:1), a na odległość 14 cm w benzenie. Po wysuszeniu (w $+20^{\circ}$) płytki lekko spryskiwano monoetanoloaminą i ogrzewano ok. 1 godziny w suszarce ($+70^{\circ}$) do zaniku zapachu amoniaku, spryskiwano roztworem azotanu srebrowego (3 cz. 0,1 n wodnego roztworu $\text{AgNO}_3 + 1$ cz. stęż. HNO_3) i następnie lampą kwarcową w odległości 10 cm od źródła światła naświetlano do momentu uzyskania — w razie obecności w badanej próbce Foschloru — na płytkach na wysokości 5,65 cm ($R_f = 0,565$) szaro-niebieskich plam. Wykrywalność Foschloru wynosi 0,25 mg/kg.

Do półilościowych oznaczeń wykorzystano jak wyżej uzyskany chloroformowy wyciąg, oczyszczony sposobem wg Bubienia (2). W tym celu wyciąg po odparowaniu przemywano metanolem (5 ml), naftowym eterem (30 ml), wodą destylowaną (25 ml). Oddzieloną z popłuczyn eterową warstwę 3-krotnie przemywano (po 15 ml) chloroformem. Odparowany do objętości 10 ml wyciąg chloroformowy przepuszczano przez kolumnę o średnicy 0,8 cm (wypełnioną 1 g aktywowanego węgla) z szybkością 60 kropli na minutę i eluowano ją 50 ml chloroformu. Uzyskany eluat zagęszczono do objętości 1 ml i jego określone objętości наносono na płytki szklane jak wyżej z żelazem krzemionkowym przygotowane, a chromatogramy rozwijano i wywoływano w podany już sposób. W celu określenia zawartości Foschloru w badanej próbce wielkość (średnicę) uzyskanych plam porównywano z wielkością (średnicą) plam otrzymanych podczas badania różnych określonych objętości wzorcowego roztworu Foschloru, zawierającego 50 mg tego związku w 50 ml chloroformu. W kontrolnych badaniach, których wynik był negatywny, w identyczny sposób analizowano same materiały biologiczne bez dodatku Foschloru.

Wyniki i omówienie

W trakcie przeprowadzonych badań wykazano przydatność obu metod do wykrywania Foschloru w materiałach biologicznych (treści żwacza krowy i żołądków konia oraz świni). Wykazano także, że zaadoptowana przez autora metoda chromatografii cienkowarstwowej dogodna jest nie tylko do identyfikacji badanego insektycydu, ale również do jego ilościowego oznaczania, co sprawdzono badając treści żwacza krowy i żołądka świni. Wyniki tych oznaczeń zestawiono w tab. 1.

przechowywać w temperaturach -10° i $+2^{\circ}$ w środowisku słabo-kwaśnym ($\text{pH}=4-5$) w ciągu 8—16 tygodni, a w temperaturze -10° w środowisku słabo-alkalicznym — w ciągu 8—14 tygodni. Z danych tych można będzie wyciągnąć praktyczne wnioski odnośnie końcowego terminu wykonania analizy Foschloru w badanych obiektach biologicznych przechowywanych w określonych, podanych w pracy warunkach.

Wnioski

1. Metody Pokrowskiego oraz przez autora zaadoptowana chromatografii cienkowarstwowej

Tab. 1. Zawartość (w %) Foschloru w materiale biologicznym oznaczona metodą chromatografii cienkowarstwowej

Badany materiał	pH treści	Temp.	po upływie dni									
			2	14	28	42	56	76	84	98	112	126
Treść żwacza krowy	4—5	-10°	6	4	3	1	1	0,5	0,5	0,3	0,3	—
		$+2^{\circ}$	3	1	0,5	0,3	0,3	—	—	—	—	—
		$+16-18^{\circ}$	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		$+40^{\circ}$	0,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Treść żołądka świni	4—5	-10°	6	5	5	2	1	1	0,5	0,5	0,3	0,3
		$+2^{\circ}$	3	2	1	0,5	0,5	0,3	0,3	0,3	0,3	—
		$+16-18^{\circ}$	0,5	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—
		$+40^{\circ}$	0,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Treść żwacza krowy	8—9	-10°	3	1	0,5	0,5	0,3	—	—	—	—	—
		$+2^{\circ}$	1	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		$+16-18^{\circ}$	0,5	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		$+40^{\circ}$	0,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Treść żołądka świni	8—9	-10°	3	2	1	1	1	0,5	0,5	0,3	—	—
		$+2^{\circ}$	1	0,5	0,3	—	—	—	—	—	—	—
		$+16-18^{\circ}$	0,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		$+40^{\circ}$	0,3	—	—	—	—	—	—	—	—	—

Na podstawie uzyskanych i zestawionych w tab. 1 wyników ilościowych metodą chromatografii cienkowarstwowej oznaczeń wykazano, że Foschlor w próbkach treści żwacza krowy i żołądka świni najbardziej jest trwały w temp. -10° w środowisku słabo-kwaśnym ($\text{pH}=4-5$) — utrzymuje się bowiem w ciągu 16—17 tygodni, w tym w ilości ok. 5% w ciągu ok. 2 tygodni, a w ilości od ok. 5% do 1% w ciągu kolejnych 5—6 tygodni. Trwały jest również ten związek w temp. -10° także w środowisku słabo-alkalicznym — ok. 14 tygodni w próbkach treści żołądka świni i ok. 8 tygodni w próbkach treści żwacza krowy. Natomiast w temp. $+2^{\circ}$ Foschlor trwały jest tylko w środowisku słabo-kwaśnym ($\text{pH}=4-5$) — utrzymuje się ok. 16 tygodni w próbkach treści żołądka świni i ok. 8 tygodni w próbkach treści żwacza krowy. W środowisku zaś słabo-kwaśnym w temperaturach wyższych ($+16^{\circ}$ do $+18^{\circ}$ i $+40^{\circ}$) oraz w środowisku słabo-alkalicznym w temperaturach $+2^{\circ}$, $+16^{\circ}$ do $+18^{\circ}$ i $+40^{\circ}$ Foschlor prawie całkowicie (w 99,0%—99,7%) rozkłada się w ciągu 2 dni.

Reasumując powyższe omówienie należy stwierdzić, co ma praktyczne analityczne dla laboratoriów znaczenie, że zawierające Foschlor próbki badanych obiektów biologicznych można

wej mogą być wykorzystane do wykrywania Foschloru w materiale biologicznym.

2. Stosując zaadoptowaną metodę chromatografii cienkowarstwowej można w badanym materiale biologicznym Foschlor wykrywać i ilościowo oznaczać.

3. W zależności od pH treści przewodu pokarmowego oraz temperatury przechowywania okres trwałości Foschloru w badanym materiale jest różny.

4. Rozkład Foschloru najwolniej przebiega przy $\text{pH}=4-5$ i 8-9 w temp. -10° oraz przy $\text{pH}=4-5$ w temp. $+2^{\circ}$ zarówno w treści żołądka świni jak i w treści żwacza krowy.

5. Na podstawie uzyskanych wyników badań można będzie określić końcowe terminy wykonania analizy Foschloru w badanym materiale biologicznym w zależności o warunków (pH, temperatura) i czasu jego przechowywania.

Piśmiennictwo

1. Bohostewicz M.: Toksykologia weterynaryjna. PWRiL, 1970.
2. Bubiń Z.: Zeszyty Naukowe WSR Wrocław. Weterynaria, 20, 70, 1966.
3. Instrukcja tymczasowa nr 18 Ministerstwa Rolnictwa z dn. 28 marca 1963 r.
4. Zadrozińska J.: Roczniki PZH 16, 397, 1965.
5. Zadrozińska J.: Wydawnictwo metodyczne PZH 2, 58, 1965.
6. Zadrozińska J., Bąkowski G.: Roczniki PZH 18, 31, 1967. Adres autora: mgr farm. Maria Romanowska, Lublin, ul. Słowicza 2.