

Pestisid Kalıntılarının Analizleri - III

Dr. Yaşar HIŞIL

Ege Üniversitesi, Gıda Fakültesi — İZMİR

DOĞRULAMA TEKNİKLERİ (Confirmatory Techniques)

Pestisid kalıntılarının teşhisinin ve tayin edilmiş olan kalıntı miktarının farklı bir yöntemle doğrulanması gerekir. Son - tayin yöntemi ince tabaka kromatografisi ise doğrulama işlemi değişik developman çözücülerini ve belirtme ajanları kullanılarak yapılır. Daha çok, pestisid kalıntısı uygun bir çözücü ile ince tabaka plakasından kaldırılır ve doğrudan gaz kromatografisine verilerek doğrulama sağlanmış olur.

Yüksek seçici dedektörün kullanılması halinde gaz - sıvı kromatogramında girişim pikleri bulunabilir. Sadece bir kolon kullanılması analiz edilen örnekler için zayıf, yetersiz bir işlem olur. Bazı hallerde iki kolon bile yetersiz olmaktadır. Kromatogramdaki BHC (hexachlorocyclohexane) izomerlerinin teşhisi bazen HCB (hexachlorobenzene) tarafından engellenir. HCB, silikon kolonlarda α - BHC ile birlikte elute edilir. Apiezon kolonda ise α - BHC ile aynı alıkonma süresine sahiptir. Fakat bu üç bileşik (HCB, α - BHC, α - BHC) bir siyanosilikon kolonda birbirinden ayrılabilir. Bununla beraber, ayırma polar kolonlarda başarılabilmeye olmasına rağmen, teşhis için yine de farklı bir kolonla daha çalışmak gerekir. COLLINS ve ark. (30), tarafından hazırlanan pentachlorophenyl propylether türevi GLC ile ng - pg seviyede HCB nin doğrulanmasında kullanılmıştır. Dieltrin ve p,p' - DDE bir örnekte birlikte mevcut oldukları zaman, bir silikon kolonda bu iki bileşik birbirinden ayrılamaz. Apiezon veya siyanosilikon kolon kullanmak gerekecektir. Siyanosilikon kolonda bileşiklerin çıkma sırası yer değiştirerek, önce p,p' - DDE, sonra dieltrin piki görülecektir.

GLC için basit bir doğrulama tekniği, mevcut kalıntı seviyesi kafi derecede yüksekse, TLC - İnce tabaka kromatografisiyle yapılır. Uygun miktar pestisid ihtiva ettiği hesaplanan temizlenmiş ekstrakt kuruyuncaya kadar buharlaştırılır, uygun bir çözücüde çözülüp standartlarla

birlikte ince tabaka plakasına tatbik edilir. Böylece kalıntının teşhisi doğrulanabilir, miktarları ince tabaka kromatografisinin duyarlılık sınırı dahilinde bulunmalıdır.

Belirli sayıda pestisid için bir dedektör kullanılarak elde edilmiş GLC sonuçları başka bir tip dedektör kullanılarak doğrulanabilir. Nitelikim, organik klorlu bileşikler için microcoulometric dedektör ile ECD, organik fosforlu bileşikler için termiyonik ve alev fotometrik dedektör kullanılabilir.

Nükleer manyetik rezonans (NMR) spektroskopisi, organik molekülün yapı tayini için en önemli araçlardan biridir. Pestisid metabolitlerinin ve bozunma ürünlerinin yapısının tayini için, yeni pestisidlerin yapılarının doğrulanması için veya mevcut olan pestisidin analiz ürünleri için son derece faydalı bir tekniktir. Yağlı et ve karaciğer dokusu örneklerinden izole edilen p,p' - DDT ve p,p' - DDE nin doğrulanması ve nisbi konsantrasyonlarının tayini için de NMR kullanılmıştır. NMR spektroskopisi, düşük duyarlılığa sahip olduğundan ve genellikle karşılaşılan pestisid kalıntıları düşük konsantrasyonlu olduklarından, kalıntı çalışmalarında sınırlı bir kullanım alanına sahiptir. Pestisidlerin spektrumları için referanslar yayınlanmıştır. Bunlar teşhisin doğrulanması için faydalıdır. KEIT ve ark. (45), 40 adet organik fosforlu pestisidin 100 MHz NMR spektrumlarını yayınlamışlardır.

Kalıntılardan izole edilmiş pestisidlerin teşhisinde yüksek derecede duyarlılığından dolayı Kütle Spektrometresi faydalı bir tekniktir. TLC, GLC vb. gibi geleneksel ayırma teknikleriyle izole edilmiş bireysel metabolitlerin analizi için genel olarak kullanılır. Kütle spektrometresi gaz kromatografisine bağlandığında, önceden ayırma yapmaksızın ve karşılaşılan kalıntıların düşük seviyesine uygun duyarlılıkta, karışımın bileşenlerinin bilinmesi için teşhis mümkün olur. İdeal şartlar altında 10 ng kadar düşük miktar, iyi bir kütle spektrumu verecektir. BIROS ve WALKER (16), mevcut analitik

metotlardan adapte edilmiş yaygın bir ekstraksiyon ve temizleme işlemi kullanarak, pestisid kalıntılarını insan yağlı et ve karaciğer dokularından ayırmışlardır. Pestisid kalıntılarının teşhisleri, kantitatif tayinleri ve teşhisin doğrulanması, gaz kromatografisi (ECD ile) ve kütle spektrometresinin kombinasyonu ile gerçekleştirilmiştir. Bulunan pestisidler β -BHC, α -BHC, heptachlorepoxide, dieldrin, p,p'-DDE, p,p'-TDE, o,p'-DDT ve p,p'-DDT dir.

Kütle spektrometresinin çok önemli bir kullanımı da polychlorinated biphenyls (PCB's) in mevcudiyetinde pestisidlerin doğrulanmasıdır. Benzer kromatografik ve elektron tutma özelliklerine sahip oldukları için PCB leri klorlu pestisidlerden ayırmak zordur. BAGLEY ve ark. (14), GLC-Kütle spektrometresi kombinasyonu ile PCB'leri organik klorlu pestisidlerin yanında teşhis etmişlerdir. Ekstre edilmiş bileşiğin özel bir PCB ile yeni Arachlor 1254 ile aynı olduğunu elde edilen spektrum göstermiştir.

Yüksek ayırmalı kütle spektrometresindeki gelişme, spektrometrede üretilen iyonların kütlelerinin tam ölçülmesine imkan vermiştir. Herhangi bir iyonun kesin kütlesi, onun atomik yapısına ve iyon teşekkül ettiğinden dolayı pestisid molekülünün elementel yapısına bağlıdır. Bundan dolayı iyonik kütlelerin kesin ölçülmesiyle önceden bileşenlerde bir ayırma yapmaksızın kompleks karışımda tek tek pestisidleri tanımak mümkündür.

LOVINS (47) bu tekniği kullanarak çeşitli klorlu pestisid karışımlarını incelemiştir.

Bireysel bir kalıntı kafi derecede izole edilebilirse, bileşiğin infrared spektrumu alınabilir ve bu spektrum bileşiğin teşhisini doğrular. Işık yoğunlaştırma mercekleri ve 3 μ l den daha düşük kapasiteli mikroküveti olan modern infrared spektrofotometreler organik klorlu pestisidlerin pekçoğunun 10 - 20 μ g ı net bir spektrum sağlayabilir. İnce tabaka ve kolon kromatografileri bu miktarı ayırabilir ve spektrofotometrede spektrum alınabilir. Infrared spektrofotometre organik klorlulara nazaran organik fosforlulara daha duyarlıdır. 0,5 μ g dan az miktarlar iyi bir spektrum verebilir ve bu miktar bir akıntı bölücü (stream splitter) ile techiz

edilmiş gaz kromatografisiyle elde edilebilir, kolonda ayrılan maddenin % 1 i izleme amacıyla dedektöre, kalan % 99 u ise bir toplama cihazına ulaşır. Bir doğrulama tekniği olarak infrared spektroskopisinin kullanılışı μ g miktarda, saf halde izole edilmiş pestiside ihtiyaç gösterir.

BOWMAN ve BEROZA (21), ekstraksiyon p-değerlerini kullanarak ng a yakın seviyede pestisidlerin teşhisi ve teşhisin doğrulanması için bir yöntem sunmuşlardır. Çözünen madde için çözücülerden birinin analizi yapılarak, birbiriyle karıştırılmaz iki sıvı fazın eşit hacimleri arasında çözünen bir maddenin dengesi ile p-değeri tayin edilir. Bu değer fazlar arasında bireysel dağılmadan veya karşı-akım dağılımı gibi çeşitli dağılımlardan hasıl olur. Yöntem özellikle ECD - GLC ile analizlerde pestisid kalıntılarının teşhisinin doğrulanması için faydalıdır.

PESTİSİD KALINTILARI ANALİZLERİNİN OTOMATİKLEŞTİRİLMESİ :

Örneğin ekstraksiyonu, temizlenmesi ve bir gaz kromatografisine enjeksiyonu otomatik olarak yapılabilir. Bu konuda bazı çalışmalar çeşitli araştırmacılar tarafından yapılmıştır.

Bazı organik fosforlu ve karbamat pestisidlerin tayin yöntemlerinden biri de kolinesteraz engellenmesine dayanan enzimatik bir yöntemdir (61). Enzim 7,4 pH da bir thiocoline ester ile inkübe edildiği zaman, enzimatik hidroliz olur ve thiocoline oluşur. Bu kolorimetrik olarak 420 nm de ölçülebilen ve 5 - thio - 2 - nitrobenzoic asidin sarı renkli anyonunu verecek olan 5 - 5 - dithiobis - (2 - nitrobenzoic acid) ile reaksiyona sokulur. Kolinesteraz organik fosforlu pestisidlerin mevcudiyetinde esterin azalan hidrolizi sonucu kısmen inaktif olur. Enzimin bu engellenmesi ölçülebilir ve organik fosforlu pestisidlerin otomatik olarak tayininde kullanılabilir. Otomatik teknik uygulanmadan önce, pestisid olmayan fosforlu bileşiklerin girişimini önlemek için bitki örneklerinde bir temizleme işlemi gereklidir. Sonra örnekler otomatik olarak yaş yakmaya tabi tutulur ve nihayet fosfomolibdatın otomatik ölçümüyle ortofosfat tayin edilir.

Organik fosforlu insektisidleri ve karbamatları tayin için VOSS (76) da bir otomatik kolinesteraz engellenmesi yöntemi kullandı. Kolinesteraz tiplerini değiştirerek, duyarlılığın artırılabilirdiğini ve 40 dan fazla örneğin bir saatte elle gerçekleştirilen kimyasal yönteminkine eşdeğer kesinlikte tayin edilebildiğini ortaya koydu. Bir çok thio- ve thionofosfor pestisidleri, kükürt atomunun oksidasyonuyla çok güçlü kolinesteraz inhibitörlerine dönüşürler. Bir otomatik tarama işlemi, inhibisyonun oksidasyondan önce ve sonra ölçümü toplam kalıntı miktarını bildirmede faydalıdır.

Pestisidlerin otomatik analizleri ve tarama teknikleri üzerine bir inceleme yazısı GUNTER ve OTT (39) tarafından yayınlanmıştır. Bir örnek olarak, turuncgil kabuklarında bifenilin tamamen otomatik tayini verilmiştir. Kabuk örnekleri otomatik olarak suda homojenize edilmişler ve sonra yağları, mumları ve bifenili ayırmak için buharla damıtma yapılmıştır. Buharla uçucu bileşikler siklohegzanda tutulmuş ve yağlar ve mumlar konsantre sülfirik asid içerisinde ekstrakte edilerek atılmıştır. Sonra izole edilmiş bifenil 246 nm de tayin edilmiştir. Normal yöntemin iki saat sürmesine rağmen bu otomatik yöntem 10 dakika sürmüştür.

Pestisidlerin düşük miktarlarını tayin etmek için kompüter uygulaması hesaplamalar için ihtiyaç duyulan zamanda bir tasarruf sağlamışlardır. Modern gaz kromatografik sistemler kompüterlere rahatlıkla bağlanabilmektedir.

PESTİSİD KALINTISI ANALİZCİSİNİN KARŞILAŞTIĞI PROBLEMLER

Kalıntı analizcisinin ana görevi pestisid kalıntılarının teşhis ve tayinidir. Analizci pek çok problemle karşılaşır. Bunlardan bazıları şunlardır: metabolizma sebebiyle pestisidin ortadan kaybolması, bozulması veya buharlaşması; metabolitlerin ve diğer son-ürünlerin çeşidi; özellikle toksikolojik yönden çok önemli olmaları.

Kararlı organik klorlu pestisidlerden farklı olarak, organik fosforlu pestisidlerin pek çok ilaçlamadan sonra parçalanır veya birkaç gün içinde ve bazı hallerde birkaç saatte metabolize olurlar. Örneğin, P-S grubu P-O' a rahatlıkla okside olabilir ve sülfid grupları sülfoksitle-

re ve sülfon gruplarına okside olabilir. Metabolitlerin bazıları esas bileşikten daha zehirli olabildiği için, bu bileşiklerin de varlığını tesbit etmek için bu sahada bilgili ve tecrübeli olunmalıdır. Metabolitlerin polariteleri esas bileşikten farklı olduğundan, ekstraksiyon ve temizleme işlemleri bu yüzden biraz değiştirilebilir.

Araştırılan pestisidlerininkine benzer analitik davranışa sahip olan bileşiklerin örnekte varlığından dolayı güçlükler ortaya çıkabilir ve bu durum yanlış sonuçlara yol açabilir. Organik klorlu pestisidler için, örneğin analizdeki problemlerden biri PCB (Polychlorinated biphenyls) lerden ileri gelen girişimdir. Bu bileşiklerin hepsi benzer yapıya sahiptir ve benzer ve klor arasındaki serbest radikal reaksiyonla geniş bir skalada elde edilirler. Ürünün damıtılması karbon atomu muhtevasına ve mevcut klor miktarına göre sınıflandırılan fraksiyonları verir. Bu sınıflar klor muhteviyatı düşük donuk sarı akıcı yağdan, klor muhteviyatı yüksek sarı renkli pelte reçineye kadar değişir. PCB bileşikleri yağlayıcı madde, ısı transfer ortamı ve izolatör olarak sanayide yaygın olarak kullanılmaktadır ve ürünü eczalara, suya vb. lere dirençli kılmak için boyalara, verniklere, sentetik reçinelere vb.lere ilave edilmektedir. Genel kullanımlarının bir sonucu olarak klorlu pestisidler kadar oldukça yaygın gözükürler ve oksidasyona, asidik ve bazik hidrolizlerin her ikisine de dayanıklı oldukları için çevrede kalıcı bir yer işgal ederler.

Pestisid kalıntılarının araştırıldığı bir örnekte çok bileşenli PCB lerin varlığı, bazı klorlu pestisidlerin teşhis ve ölçümlerinde girişim yapabilir veya mani olur. PCB ler mevcut olduğunda, dieldrin, DDT, DDE, aldrin ve heptachlorepoxyde'inkine benzer alıkonma zamanlı GLC pikleri verirler. Organik klorlu pestisidleri PCB lerden ayırmak için bir silikajel kolon kullanılır. Fakat, bu kolon yine de PCB leri p,p'-DDE den ayıramamaktadır. ARMOUR ve BURKE (5), aktivitesi kontrollu bir silisik asid kolon kullanarak PCB leri DDT ve analoglarından ayırmıştır, fakat bu arada aldrin de PCB lerle birlikte elute edilmiştir. Bu çalışma daha sonraları çeşitli organik klorlu pestisidlerin GLC ile tayinlerinde girişim yapabilen klorlan-dırılmış naftalenleri de içine almıştır (6).

Kütle spektrometresi ile kombine edilen gaz kromatografisi ekolojik örneklerde PCB lerin ayırımı ve teşhisi için kullanılmıştır.

COLLINS ve ark. (31), özel GLC şartlarında gruplandırılmış yüksek klorlu bifenillerin (PCB) elektron tutma yeteneğinin p,p'-DDE ninkine benzer olduğunu bulmuşlardır. Yabancı canlı örneklerinde, PCB pikleri genel olarak yüksek klorlu bifenillere tekabül eder ve bunlar p,p'-DDE ye eşdeğer olarak gösterilebilir demişlerdir. Benzer pikler verdiklerinden ve aynı fraksiyonda elute edildiklerinden dolayı klorlandırılmış naftalenler PCB tayinlerinde girişim yapabilir. HOLMES ve WALLEEN (43), bu iki tip bileşik arasında bir ayırımın yapıldığı ve PCB lerin tepki göstermemesine karşılık, klorlu naftalenlerin oksidasyonunun nisbi kolaylığına dayanan bir yöntem yayınlamışlardır.

Analizlerde kullanılan çözücüler ve eczalar, ECD lü GLC sinde; BHC ve aldrinle ayırt edilemeyen di - butylphthalate (plastikleri yumuşatmak için kullanılan bir madde) gibi kontaminantları ihtiva edebilir. Polietilenle temas eden organik çözücüler, genel ince tabaka eczası olan gümüş nitrat ile reaksiyona giren, p,p'-DDE ninkine yakın R_f değerli benek veren ve o,p'-DDE ve p,p'-DDE ile benzer alıkonma zamanlı bir kontaminant ekstre edebilir. Kükürt ve kükürt ihtiva eden bileşikler çözücülerde, kolon materyallerinde (örneğin kar-

bon selülozda) veya soğan, lahana, şalgam vb. gibi materyallerde mevcut olabilir. Elementel kükürt gaz kromatografisinde bir «yalancı - aldrin» piki görülmesine sebep olabilir (62).

Pestisid kalıntısı analizlerinde çok zor problemlerden biri de örnekte mevcut pestisidlerin pozitif teşhisidir. Genel olarak kromatografik teknikler bir pestisidin mutlak teşhisini nadiren verebilir. Dieldrin ve «foto - dieldrin», kullanılan GLC kolonlarına bakmaksızın benzer alıkonma süreleri gösterirler, ve çok sayıda ince tabaka çözücü sistemleriyle elde edilen R_f değerleri birbiriyle çakışır. p,p'-DDE ve dieldrin muayyen sıvı (stationary) fazlarda benzer alıkonma süreleriyle başka pestisid örneği gösterirler. BURKE ve HOLSWADE (25, 26) tarafından verilen deneysel alıkonma süreleri bilgisinde, benzer alıkonma süreli pek çok pestisid örneği vardır.

Yukarıda verilen bilgilerden de anlaşılacağı gibi, kanuni bir karardan önce veya sağlığa uygunluğuna kadar vermeden önce, bilinmeyen kalıntının teşhisinin doğrulanması çok önemlidir. Bu ihtiyaç sonucun doğru anlaşılması için özellikle önemlidir. Basit, spesifik olmayan kalıntı analiz işlemlerinden elde edilen sonuçlarla yanlış sonuçlara varılabilir. Bu nedenle kalıntı analizleri bilgili, tecrübeli ve ehil kimşeler tarafından titizlikle yapılmalıdır.

KAYNAKLAR

1. ABBOTT, D.C., J.O.G. TATTON and N.F. WOOD, 1969. J. Chromatog. 42, 83
2. ACKERMANN, H., 1968. J. Chromatog. 36, 309.
3. ACKERMANN, H., 1969. J. Chromatog. 44, 414.
4. ARGAUER, R.J., H. SHIMANUKI and C. ALVAREZ, 1969. Abstracts, 15th National Meeting of the American Chem. Soc., New York, Sept. 1969, Pesticide Chemicals Division.
5. ARMOUR, J.A. and I.A. BURKE, 1970. J. Ass. Off. Anal. Chem. 53, 761.
6. ARMOUR, J.A. and J.A. BURKE, 1971. J. Ass. Off. Anal. Chem. 54, 175.
7. AUSTIN, D.J., K.A. LORD, and I.H. WILLIAM, 1976. Pestic. Sci. 7 (2) 211.
8. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1965. Anal. Chem. 37, 1477.
9. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1966. Anal. Chem. 39, 783.
10. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1966. Anal. Chem. 38, 1757.
11. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1967. J. Ass. Off. Anal. Chem. 50, 1246.
12. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1968. Gas Chromatog. 6, 301.
13. BACHE, C.A. and D.J. LISK, 1971. Anal. Chem. 43, 950.
14. BAGLEY, G.E., W.L. REICHEL and E. CROMARTIE, 1970. J. Ass. Off. Anal. Chem. 53, 251.
15. BAZZI, B. 1966. Radioisotopes in the Detection of Pesticide Residues, p. 27. International Atomic Energy Agency Vienna.
16. BIROS, F.J. and A.C. WALKER, 1970. J. Agric. Food Chem. 18, 425.
17. BOGNER, R.L. 1966. Radioisotopes in the

- Detection of Pesticide Residues, p. 67. International Atomic Energy Agency, Vienna.
18. BOMBAUGH, K.T., R.F. LEVANGIE, R.N. KING and L. ABRAHAMS, 1970. *J. Chromatog. Sci.* 8: 657.
 19. BOWMAN, M. and M. BEROZA, 1966. *Residue Reviews*, 17, 1.
 20. BOWMAN, M. and M. BEROZA, 1966. *Residue Reviews*, 17, 23.
 21. BOWMAN, M.C. and M. BEROZA, 1965. *J. Ass. Off. Agric. Chem.*, 48, 943.
 22. BOWMAN, M.C. and M. BEROZA, 1968. *Anal. Chem.* 40, 1448.
 23. BOWMAN, M.C. and M. BEROZA, 1969. *J. Chromatog.* 7, 484.
 24. BRODY, S.S. and J.E. CHANEY, 1966. *J. Gas Chromatog.* 4, 42.
 25. BURKE, I. and W. HOLSWADE, 1964. *J. Ass. Off. Agric. Chem.* 47, 845.
 26. BURKE, J. and W. HOLSWADE, 1966. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 49, 374.
 27. CASTRO, C.E. and R.A. SCHMITT, 1962. *J. Agr. Food Chem.* 10, 236.
 28. COHEN, I.C. and B.B. WHEALS, 1968. *J. Chromatog.* 43, 233.
 29. COHAN, I.C., J. NORCUP, J.H.A. RUZICKA and B.B. WHEALS, 1969. *J. Chromatog.* 44, 251.
 30. COLLINS, G.B., D.C. HOLMES and M. WALLEN, 1972. *J. Chromatog.* 69, 198.
 31. COLLINS, G.B., D.C. HOLMES and F.J. JACKSON, 1972. *J. Chromatog.* 71, 443.
 32. ERNST, G.E. and F. SCHURING, 1970. *J. Chromatog.* 49, 325.
 33. FEHRINGER, N.V. and J.D. OGGER, 1966. *J. Chromatog.* 25, 95.
 34. FREI, R.W. and J.Z. LAWRENCE, 1971. *J. Chromatog.* 61, 174.
 35. GEIKE, F. 1970. *J. Chromatog.* 53, 269.
 36. GEISSBÜHLER, H. and D. GROSS, 1967. *J. Chromatog.* 27, 296.
 37. GETZ, M.E. and H.G. WHEELER, 1968. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 51, 1101.
 38. GIUFFRIDA, L. 1964. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 47, 293.
 39. GUNTHER, F.A. and D.E. OTT, 1966. *Residue Reviews*, 14, 12.
 40. HAMILTON, D.J. and B.W. SIMPSON, 1969. *J. Chromatog.* 39, 186.
 41. HARTMANN, C.H. *Bull. Envir. Contam. Toxicol.* 1966, 1, 159.
 42. HIŞİL, Y. 1980. *Elma Şırası ve Konsantrelerinin İmalinde Uygulanan İşleme Basamaklarının Bazı Önemli Pestisid Kalıntılarının Etkileri Üzerinde Araştırmalar (Doktora Tezi)*. 114 s. İzmir.
 43. HOLMES, D.C. and M. WALLEN, 1972. *J. Chromatog.* 71, 562.
 44. HOMANS, A.L. and A. FUCHS, 1970. *J. Chromatog.* 51, 327.
 45. KEITH, L.H., A.W. GARRISON and A.L. ALFORD, 1968. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 51, 1063.
 46. LAWRENCE, J.F. and R.W. FREI, 1972. *Anal. Chem.* 44, 2046.
 47. LOVINS, E.R. 1969. *J. Agr. Food Chem.* 17, 663.
 48. MACDOUGALL, D. 1962. *Residue Reviews*, 1, 24.
 49. MACDOUGALL, D. 1964. *Residue Reviews*, 5, 119.
 50. MAIER - BODE, H. and H. RIEDMANN, 1975. *Residue Reviews*, 54, 113 - 181.
 51. MAITLEN, J.C., L.M. Mc DONOUGH and M. BEROZA, 1968. *J. Agric. Food Chem.* 16, 549.
 52. Mc KINLEY, W.P. and S.I. READ, 1962. *J. Ass. Off. Agri. Chem.* 45, 467.
 53. Mc KINLEY, W.P. and S.A. MAGARVEY, 1960. *J. Ass. Off. Agric. Chem.* 43, 717.
 55. MENDOZA, C.E., P.J. WALES, H.A. Mc LEOD and W.P. Mc KINLEY, 1968. *Analyst*, 93, 34.
 55. MENDOZA, C.E. and J.B. SHIELDS, 1970. *J. Chromatog.* 50, 92.
 56. MENDOZA, C.E., P.J. WALES, D.L. GRANT and K.A. McCULLY, 1969. *J. Agric. Food Chem.* 17, 1196.
 57. MITCHELL, L.C. 1966. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 49, 1163.
 58. MOYE, H.A. and J.D. WINEFORDNER, 1965. *J. Agric. Food Chem.* 13, 516.
 59. MOYE, H.A. 1967. *Anal. Chem.* 39, 1441.
 60. NAGASAWA, K., H. YOSHIDOME and F. KAMATA, 1970. *J. Chromatog.* 52, 453.
 61. OTT, D.E. and F.A. GUNTHER, 1968. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 51, 697.
 62. PEARSON, J.R., F.D. ALDRICH and A.W. STONE, 1967. *J. Agr. Food Chem.* 15, 938.
 63. SCHMITT, R.A. and G. ZWEIG, 1962. *J. Agric. Food Chem.* 10, 481.
 64. SCOLNICK, M. 1970. *J. Chromatog.* 8, 462.
 65. SCOGGINS, J.E. and C.H. FITZGERALD, 1969. *J. Agric. Food Chem.* 17, 156.
 66. SEIBER, J.N., 1972. *J. Agric. Food Chem.* 20, 443.
 67. STANLEY, C.W. and J.I. MORRISON, 1969. *J. Chromatog.* 40, 289.
 68. STANLEY, C.W. 1966. *J. Agric. Food Chem.* 14, 321.
 69. STEVENS, R.K. 1967. *J. Ass. Off. Anal. Chem.* 50, 1236.
 70. SUN, Y.P. 1963. *Analytical Methods for Pesticides, Plant Growth Regulators and Food Additives*, G. Zweig (ed.), Vol. 1, p. 471. Academic Press, New York.
 71. SZOKOLAY, A. and A. MADARIĆ, 1969. *J. Chromatog.* 42, 509.
 72. TATTON, J.O.G. and P. WAGSTAFFE, 1969. *J. Chromatog.* 44, 284.

73. TAYLOR, I.S. 1970. J. Chromatog. 52, 141.
 74. U.S.A. DEPARTEMENT OF EDUCATION AND WELFARE, 1973 Pesticide Analytical Manual I, Food and Drug Administration, Washington D.C.
 75. VILLENEUVE, D.C., A.G. BUTTERFIELD, D.L. GRANT and K.A. McCULLY, 1970. J. Chromatog, 48, 567.
 76. VOSS, G. 1969. J. Ass. Off. Anal. Chem. 52, 1027.
 77. WALES, P.J., H.A. McLEOD and W.P. Mc KINLEY, 1968. J. Ass. Off. Anal. Chem. 51, 1239.
 78. WATTS, R.R. and R.W. STORHERR, 1969. J. Ass. Off. Anal. Chem. 52, 513.
 79. WATTS, R.R. 1971. J. Ass. Off. Anal. Chem. 54, 953.
 80. WINTERLIN, W., G. WALKER and H. KRANK, 1968. J. Agric. Food Chem. 16, 808.
 81. YIĞİT, V. 1975. Şeftali Sularında Bazı Organik Fosforlu Pestisit Kalıntıları Üzerinde Araştırmalar. TÜBİTAK, Marmara Bilimsel ve Endüstriyel Araştırma Enstitüsü, Yayın No. 6, Proje No. 2803. Gebze. 63 s.

6. Gıda Bilimi ve Teknolojisi Dünya Kongresi Ve

3. Uluslararası Gıda Mühendisliği Kongresi

«Uluslararası Gıda Bilimi ve Teknolojisi Birliği»nce düzenlenen «6. Gıda Bilimi ve Teknolojisi Dünya Kongresi» 18 - 23 Eylül 1983 tarihleri arasında Dublin - İRLANDA'da yapılacaktır.

Kongrelere ilişkin program, tebliğ davetiyeleri ve dökümanlar ile ayrıntılı bilgi, Birliğin Türkiye muhabiri Prof. Dr. Mahir ÇOLAKOĞLU'ndan sağlanabilir.

Not : Tebliğ ile katılacakların, Tebliğ özetlerini en geç 31 Mart 1983 de Dublin'de olacak şekilde postalamaları gerekmektedir.

Prof. Dr. Mahir ÇOLAKOĞLU
Ege Üniversitesi
Gıda Mühendisliği Bölümü - İZMİR

DİZDARER

Analitik Kimyevi Maddeler
Bakteriyolojik Hazır Kültür Vasatları
Mikrobiyolojik Standard Reaktifler
Antibiyotik Diskler
Herçesit Laboratuvar Cihazı ve Malzemesi
Kalitatif - Kantitatif Filtre Kağıtları

Modern Çarşı, No. 207, Ulus/ANKARA, Tel : 11 57 70 - 11 76 13
P. K. 644, Telex : 42870, Telg. : DİZDARER