Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 64 (1973)

Heft: 2

Artikel: Isolierung der Rohextrakte für Rückstandsbestimmung von Insektiziden in verschiedenen Lebensmitteln

Autor: Hadorn, H. / Zürcher, K.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-982295

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 05.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Isolierung der Rohextrakte für Rückstandsbestimmung von Insektiziden in verschiedenen Lebensmitteln

Von *H. Hadorn* und *K. Zürcher*
Aus dem Zentrallaboratorium der Coop Schweiz, Basel

Die Kontamination unserer Lebensmittel mit Pestiziden stellt ein weltweites Problem dar. Vor allem die chlorierten Kohlenwasserstoffe wie beispielsweise Lindan, DDT und deren Derivate, welche sich durch eine außerordentlich große Beständigkeit auszeichnen, sind weit verbreitet und in vielen Naturprodukten nachweisbar. Zum Teil gelangen sie durch unsachgemäße Anwendung von Spritzmitteln in die Rohprodukte, etwa in Kakaobohnen und von hier in die Schokoladenerzeugnisse. Einige Pestizide werden über die Nahrungskette angereichert, so etwa das DDT in Meerfischen und kommen mit Spezialitäten wie Dorschleber oder Oelsardinen auf unseren Tisch. Um den Konsumenten vor einer unerwünscht großen Aufnahme von Pestiziden mit der Nahrung zu schützen, sind für viele Lebensmittel sogenannte Höchstwerte oder Markttoleranzen für Pestizidrückstände festgesetzt worden. Um eine wirksame Kontrolle durchzuführen, sind umfangreiche Analysen an möglichst vielen Lebensmittelproben erforderlich. Damit die Arbeit einigermaßen rationell gestaltet werden kann, sollten die Untersuchungsmethoden nach Möglichkeit vereinfacht werden. Die amerikanischen Vorschriften (1) sind ziemlich umständlich, zeitraubend und — wie Ringversuche gezeigt haben — recht anfällig auf Störungen, welche zu fehlerhaften Resultaten führen können. Aus diesen Gründen wurde in unserem Laboratorium eine für Serienuntersuchungen gut brauchbare säulenchromatographische Methode zur Aufarbeitung chlorhaltiger Insektizidrückstände ausgearbeitet. Wie einige Modellversuche (2, 3) und Ringversuche in mehreren Laboratorien (4) ergaben, eignet sich unsere Methode zur Bestimmung der chlorhaltigen Insektizide in Käsefett, in Fetten und Oelen, Kakao und Schokoladen.

Zur Isolierung der Fettfraktion aus Lebensmitteln, in welcher die Pestizide möglichst quantitativ enthalten sein sollten, findet man in der Literatur verschiedene Vorschriften, welche dem einzelnen Lebensmittel mehr oder weniger angepaßt sind. Für die rationelle Arbeitsgestaltung bei Routineuntersuchungen wäre es wünschenswert, die Extraktionsmethoden möglichst zu vereinheitlichen und zu vereinfachen. Wir untersuchten in unserem Laboratorium seit mehreren Jahren routinemäßig die verschiedenartigsten Lebensmittel auf Pestizidrückstände. Unsere Arbeitstechnik, welche nur zwischen fettreichen und fettarmen Lebensmitteln unterscheidet, soll am Schluß dieser Arbeit beschrieben werden.

Die ursprünglich für Käse ausgearbeitete Methode ließ sich ohne Schwierigkeiten auf zahlreiche andere fettreiche Lebensmittel übertragen. Bei Kakao, Kakaomasse, Schokoladen und Milchpulver haben wir während mehreren Jahren auf diese Weise gearbeitet. Bei gewissen Produkten, etwa Karotten oder Gemüse traten unerwartete Störungen auf. Der mit Petroläther extrahierte Rohextrakt enthielt

beträchtliche Mengen gelber Farbstoffe (Carotine), welche bei der anschließenden säulenchromatographischen Reinigung weder von der Florisil- noch von der Aluminiumoxidschicht restlos adsorbiert wurden. Die im Eluat enthaltenen Farbstoffe verursachten anschließend bei der gaschromatographischen Trennung störende Peaks. Durch eine Verschiebung des pH-Wertes in den sauren Bereich mittels Pufferlösung (pH ca. 3) gelingt es, bei der Extraktion mit Petroläther wesentlich reinere Extrakte zu erhalten. Gut bewährt hat sich schließlich ein Zusatz von Eisessig zum Gemisch, bestehend aus Untersuchungsmaterial, Natriumoxalat, Wasser und Methanol. Bei der anschließenden Extraktion mit Petroläther mittels Ultraschallmischer und Zentrifugieren ließen sich die Fettstoffe samt den Pestiziden gut abtrennen.

Im Gegensatz zu den fettreichen Produkten, bei welchen zunächst das Fett isoliert und von diesem 1,5 g für die säulenchromatographische Trennung eingewogen wurde, ließen wir bei den fettarmen Produkten den Petrolätherextrakt in ein Becherglas mit 2 g Celite fließen und dunsteten den Petroläther bei Zimmertemperatur über Nacht ab. Das Celite mit dem Abdampfrückstand füllten wir quantitativ in die Chromatographiersäule I und arbeiteten weiter nach unserer bereits beschriebenen Methode. Die gereinigten Extrakte waren stets farblos und lieferten saubere Gaschromatogramme. Da sich zeigte, daß bei vollständigem Eindampfen fettfreier oder fettarmer Extrakte leicht Verluste an Pestiziden infolge Verdampfung entstehen, gingen wir dazu über, bei allen fettarmen Produkten zur eingewogenen Probe im Zentrifugenglas je 1 g raffiniertes, insektizidfreies Speiseöl (Erdnußöl) zuzusetzten. Bei der Behandlung mit dem Ultraschallmixer gelangen die Lipoide und die Insektizide des Untersuchungsmaterials gemeinsam mit dem zugesetzten Speiseöl in den Petrolätherextrakt. Die Insektizidausbeute kann auf diese Weise verbessert werden. Beim Abdestillieren des Petroläthers werden Insektizidverluste weitgehend vermieden, weil die chlorierten Kohlenwasserstoffe im Erdnußöl gelöst bleiben.

Versuche zur Isolierung des Fettes aus Käse

Nach der AOAC-Vorschrift (1) werden zur Isolierung des Fettes mit den Insektiziden 100 g Käse mit 2 g Natriumoxalat und 100 ml Alkohol im Mixer fein verteilt und anschließend das Fett durch dreimaliges Ausschütteln mit Aether-Petroläther 1:1 und Abzentrifugieren gewonnen.

Wir arbeiteten nach der vom Kantonalen Laboratorium Basel-Stadt modifizierten Vorschrift mit je 10 g Käse, wobei auch die Reagenzienzusätze entsprechend herabgesetzt wurden, wie folgt:

— 10 g zerschnittener Käse in Zentrifugalglas abwägen, 20 ml Methanol + 3 ml Wasser + 0,4 g Natriumoxalat zufügen.
— Mittels hochtourigem Rührstab (Ultraschall-Mixer) 2—3 Minuten mixen bis eine vollständig homogene milchige Flüssigkeit entsteht.
— 10 ml Aether + 10 ml Petroläther zufügen, gut mischen und 5—10 Minuten zentrifugieren.

— Ueberstehende Aether-Petroläther-Schicht mit Pipette und Saugballon vorsichtig absaugen und in 100-ml-Erlenmeyerkolben geben.
— Mischung im Zentrifugenglas noch zweimal mit je 5 ml Aether + 5 ml Petroläther in gleicher Weise behandeln.
— Die vereinigten Aether-Petroläther-Extrakte während 5 Minuten mit wenig Natriumsulfat trocknen, durch kleines Wattefilter filtrieren, Lösungsmittel am Rotationsverdampfer abdestillieren.

Mit dieser Methode haben wir während längerer Zeit gearbeitet. Da Aethyläther nachteilige Nebenwirkungen hat, haben wir geprüft, ob sich das Käsefett mit Petroläther allein isolieren lasse. Die Versuche verliefen zur vollen Zufriedenheit. Die Schichtentrennung war sehr gut, die säulenchromatographische Abtrennung der Insektizide vom Fett und die anschließende gaschromatographische Bestimmung verliefen ebenfalls ohne Störung. Die Resultate sind in Tabelle 1 wiedergegeben. Das

Tabelle 1. Modellversuche zur Isolierung des Fettes aus Käse
Fettgehalt der Käseprobe (Tilsiter) = 29,2 %

Insektizide	Insektizide im Käsefett gefunden		Insektizidzusätze		
	Aether-Petroläther-Extraktion nach AOAC ppb	Petroläther-Extraktion ppb	zugesetzt zu 10 g Käse ng	Zusatz bezogen auf das Käsefett ppb	Nach Petroläthermethode wiedergefunden in %
α-HCH	56	60	394	135	99
Lindan γ-HCH	18	17	475	162	94
Heptachlor	0	0	487	167	91
Aldrin	0	0	485	166	88
Heptachlorepoxid	12	14	508	174	93
DDE	14	20	390	133	97
Dieldrin	26	42	665	228	96
DDT	0	0	518	177	95

mit Petroläther allein isolierte Fett (Petroläther-Extraktion) enthält sogar etwas höhere Insektizid-Mengen als das mit Aethyläther-Zusatz isolierte. Möglicherweise verursacht der Aethyläther geringe Verluste infolge der Bildung von Aetherperoxiden; vielleicht lösen sich auch Spuren von Insektiziden in der Methanol-Wasser-Phase, wenn dieselbe mit Aethyläther gesättigt ist.

In einem weiteren Versuch haben wir zu 10 g Tilsiterkäse in einem Zentrifugenglas unmittelbar vor dem Homogenisieren mittels Ultraschallmixer genau bekannte Mengen Insektizide (in Form einer Stammlösung) zugesetzt und hierauf

das Käsefett nach der Zentrifugenmethode mit Petroläther isoliert. Die Insektizid-Ausbeute im isolierten Fett war durchwegs befriedigend. Das mit Petroläther isolierte Fett enthält praktisch die gesamte Insektizid-Menge (siehe Tabelle 1). Lediglich bei Heptachlor und Aldrin war die Ausbeute etwas knapp, 91 bzw. 88 % der Theorie. In Zukunft haben wir daher zur Isolierung der Rohextrakte nur noch Petroläther benutzt.

Modellversuche mit fettarmen Lebensmitteln

Derartige Modellversuche sind etwas problematisch. Lebensmittel, welche überhaupt keine Spuren von chlorierten Kohlenwasserstoffen enthalten, findet man sehr selten. Bei einem Modellversuch, welcher den Verhältnissen der Praxis nahe kommt, müßten die in bekannten Mengen zugesetzten Insektizide gleichmäßig im Lebensmittel verteilt sein. Es gelingt jedoch nicht, etwa in einer Karotte, einem Apfel oder im Gemüse genau dosierte Mengen von chlorierten Kohlenwasserstoffen gleichmäßig in alle Pflanzenzellen hineinzubringen. Setzt man zum abgewogenen Untersuchungsmaterial unmittelbar vor der Aufarbeitung Lösungen von Insektiziden in Cyclohexan oder Petroläther zu und gewinnt anschließend den Rohextrakt in üblicher Weise durch Behandeln mit Lösungsmitteln im Ultraschallmixer und anschließendes Zentrifugieren, läßt sich zwar abklären, ob beim Analysengang größere Verluste auftreten, oder im Gaschromatogramm störende Peaks erscheinen. Findet man bei diesen Modellversuchen richtige Resultate, ist jedoch noch nicht bewiesen, daß Insektizide, welche in den Pflanzenzellen eingeschlossen waren, ebenfalls quantitativ erfaßt werden. Man hat lediglich die in gelöster Form zugesetzten Stoffe durch Extraktion wieder von den Begleitstoffen getrennt.

Zu unseren Modellversuchen wählten wir Hartweizengrieß, wie er für die Teigwarenherstellung verwendet wird. In diesem Grieß, welchen wir auf Insektizidrückstände prüften, fanden wir Spuren von HCB, α-HCH, Lindan und op-DDE. Die Mengen schwankten zwischen 0,2 und 0,4 ppb (siehe Tabelle 2). Je 10 g eines Grießes versetzten wir mit 5 g einer Lösung, welche 13 verschiedene Insektizide in Cyclohexan enthielt. Das Gemisch wurde über Nacht offen stehen gelassen, so daß das Lösungsmittel verdunsten konnte. Die Insektizide waren nun mehr oder weniger gleichmäßig im Grieß verteilt, vermutlich gelöst von den Getreidelipoiden. Anschließend haben wir, wie üblich den Rohextrakt durch dreimalige Extraktion mit Petroläther und Homogenisieren mittels Ultraschallmixer gewonnen. Zu den in einem Becherglas vereinigten Rohextrakten setzten wir 2 g Celite zu und ließen das Lösungsmittel bei Zimmertemperatur unter Darüberleiten von gereinigter Luft verdunsten. Das Celite, welches nun die Getreidelipoide samt den Insektiziden enthält, füllten wir in ein Chromatographierohr als Säule I ein und trennten die Insektizide von den Lipoiden, wie in früheren Arbeiten (2, 3) beschrieben.

Tabelle 2. Modellversuche mit Hartweizengrieß und Insektizidzusätzen

Insektizid	In 10 g Grieß gefundene Insektizide ng	Zu je 10 g Grieß zugesetzte Mengen in ng	Wiedergefunden		
			Ohne Oel %	Mit 1 g Oel %	Mit 1 g Oel %
HCB	2	32	91	97	100
α-HCH	4	64	80	90	101
Lindan	2	64	69	77	92
Heptachlor	—	64	84	96	96
Aldrin	—	64	98	117	104
Heptachlorepoxid	—	64	81	93	100
op-DDE	3	64	112	118	
pp-DDE	—	64	81	96	93
Dieldrin	—	64	50	68	87
op-DDD	—	64	65	76	81
op-DDT	—	64	104	107	90
pp-DDD	—	64	76	93	107
pp-DDT	—	64	93	98	104

Bei derartigen Modellversuchen mit Grieß oder Mehl beobachteten wir zum Teil beträchtliche Verluste (20—50 %) einzelner Insektizide. Besonders groß waren sie beim Lindan und beim Dieldrin, wie aus der Tabelle 2 hervorgeht. Bei analogen Modellversuchen mit fettreichen Lebensmitteln waren die Verluste viel geringer. Daraus haben wir geschlossen, daß sich mit großer Wahrscheinlichkeit nach dem Verdunsten des Lösungsmittels ein Teil der Insektizide verflüchtigt hat. Bei Pestizidanalysen gilt als allgemeine Regel, daß Insektizidextrakte nie bis zur Trockne eingedampft werden dürfen, weil sonst leicht Verluste entstehen. Eine Ausnahme machen nur Extrakte aus fettreichen Lebensmitteln. Hier bleiben nach dem Abdampfen des Lösungsmittels die Insektizide im Fett gelöst. Aus diesem Grunde haben wir bei fettarmen Lebensmitteln zur abgewogenen Probe noch 1 g raffiniertes Erdnußöl beigefügt. Raffinierte Speiseöle sind erfahrungsgemäß frei von Pestiziden, da evtl. vorhandene chlorierte Kohlenwasserstoffe beim Raffinationsprozeß während des Dämpfens vollständig entfernt werden. Die Gewinnung der Rohextrakte erfolgte in gleicher Weise wie früher. Nach dem Verdunsten des Lösungsmittels bleiben die Insektizide im Oel gelöst. Dieses wird in Celite aufgenommen und als Säule I in ein Chromatographierohr eingefüllt. Die säulenchromatographische Reinigung und die gaschromatographische Bestimmung der einzelnen Insektizide erfolgte wie bereits früher beschrieben.

In der Tabelle 2 sind weitere Modellversuche mit Grieß, dem wir bekannte Mengen von Insektiziden und außerdem noch 1 g Erdnußöl hinzufügten, wiedergegeben. Die Insektizidausbeute ist durchwegs höher, die meisten Resultate sind gut.

Arbeitsvorschrift zur Isolierung der Insektizide aus dem Untersuchungsmaterial

Im folgenden wird die Arbeitsvorschrift, nach welcher wir seit längerer Zeit arbeiten, wiedergegeben. In den Tabellen 3 bis 5 findet man alle Produkte, die wir bisher untersucht haben, mit der optimalen Einwaage aufgeführt.

Tabelle 3. Fettreiche Produkte

Untersuchungsobjekte	Einwaage in g
Fischkonserven in Oel, Thon, Sardellen, Sardinen, Brisling, Dorschleber	20
Fettgewebe von sezierten Tieren und tiefgekühlten Poulets	10
Kondensmilch, gezucktert und ungezuckert	20
Milchpulver, Vollmilchpulver	20
Rahmpulver	10
Kakaobohnen, roh, geröstet, Kakaokernbruch, Kakaomasse	10
Schokolade, helle, dunkle, Kakaopulver	20
Käse	10
Volleipulver	10
Biscuits (je nach Fettgehalt)	5—40
Oelsaaten, Sonnenblumenkerne, Erdnüsse, Haselnüsse, Mandeln	10
Kuchenteig, Blätterteig	20

a) Fettreiche Produkte (siehe Tabelle 3)

In ein Zentrifugenglas von ca. 70 ml maximal 10 g Substanz einwägen. Wenn die Einwaage 20 g beträgt, sind 2 Gläser zu verwenden.

In jedes Glas kommen folgende Zusätze:

— 20 ml Methanol p. a.
— 3 ml dest. Wasser
— 0,4 g Natriumoxalat
— 1 ml Eisessig. Dann mit hochtourigem Rührstab (Polytron) mixen bis zur vollständigen Homogenität.
— 20 ml Petroläther tiefsiedend (Kp = 30—45 ° C) zugeben und nochmals kurz mixen und anschließend zentrifugieren. Die überstehende Petrolätherschicht mit einer Pipette abziehen und in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben geben.
— Die zurückbleibende Mischung im Zentrifugenglas noch zweimal mit je
— 20 ml Petroläther tiefsiedend mixen.
— Die vereinigten Extrakte mit Natriumsulfat trocknen.
— Filtrieren durch Trichter, welcher unten Watte, dann ca. 1 Kaffeelöffel voll Natriumsulfat und 1—2 Kaffeelöffel voll Seesand enthält. Filtrat in Spitzkölbchen auffangen.
— Erlenmeyerkolben und Filter mit Petroläther gut nachwaschen.
— Lösungsmittel am Rotationsverdampfer bei maximal 50 ° C abdampfen.

— Vom filtrierten Fett 1,5 g in 50-ml-Becherglas einwägen. (Siehe Mitt. **61**, Seite 162, Abschnitt «Einwaage»).

b) Fette (siehe Tabelle 4)
— 1,5 g des wasserfreien Fettes wird mit Petroläther auf Celite aufgezogen und nach Vorschrift weiterverfahren. (Siehe Abschnitt «Einwaage»).

Tabelle 4. Fette, Oele, Margarine

Untersuchungsobjekte	Einwaage in g
Butter, nach Abtrennung des Wassers	1,5
Kochbutter, nach Abtrennung des Wassers	1,5
Margarine, nach Abtrennung des Wassers	1,5
Speisefette	1,5
Speiseöle	1,5
Kakaobutter	1,5
Lebertran	1,5
ausgeschmolzene tierische Fette	1,5

c) Wasserhaltige Fette
— Butter oder Margarine in einem Becherglas bei ca. 50 ° C schmelzen.
— Klare obere Fettschicht vorsichtig auf ein Filter gießen bestehend aus Trichter mit entfetteter Watte und einer Schicht mit geglühtem Natriumsulfat.
— Vom filtriertem Fett 1,5 g in 50-ml-Becherglas einwägen. (Siehe Mitt. **61**, Seite 162, Abschnitt «Einwaage»).

d) Fettarme Produkte (siehe Tabelle 5)
— In ein Zentrifugenglas die angegebene Substanzmenge (max. 10 g) und 1 g insektizidfreies Speiseöl (Erdnußöl) einwägen.
— 20 ml Methanol p. a.
— 3 ml dest. Wasser
— 0,4 g Natriumoxalat
— 1 ml Eisessig zusetzen, mit hochtourigem Rührstab (Polytron) mixen bis zur vollständigen Homogenität.
— 20 ml Petroläther tiefsiedend (Kp = 30—45 ° C) zugeben und nochmals kurz mixen und anschließend zentrifugieren. Die überstehende Petrolätherschicht mit einer Pipette abziehen und in einen 100-ml-Erlenmeyerkolben geben.
— Die zurückbleibende Mischung im Zentrifugenglas noch zweimal mit je
— 20 ml Petroläther tiefsiedend mixen.
— Die vereinigten Extrakte mit Natriumsulfat trocknen.

— Filtrieren durch Trichter, welcher unten Watte, dann ca. 1 Kaffeelöffel voll Natriumsulfat und 1—2 Kaffeelöffel voll Seesand enthält. Filtrat in einem 50-ml-Becherglas auffangen, welches
— 2 g Celite enthält.
— Petroläther mit gereinigtem Luftstrom bei Zimmertemperatur abdampfen bis der Petroläther verschwunden ist.
— Mit diesem fett-imprägnierten Celite die Säule I aufbauen.
— Säule I im Trockenschrank auf 45 ° C aufwärmen (ca. 20 Minuten).
— Säule I eluieren nach Vorschrift in Mitt. **61**, Seite 162 «Säulenchromatographische Reinigung und Anreicherung.»

Tabelle 5. Fettarme Produkte

Untersuchungsobjekte	Einwaage in g
Getreide, Weizen- Bruchweizen, Reis, Hafer, Platahirse, Hanfsaat, Negersaat, Haferflocken, Hühnerfutter	10
Mais	5
Grieß, Mehl	10
Teigwaren, Eierteigwaren, Ravioli	10
Gemüse, frisch oder tiefgefroren, Blumenkohl, Lattich, Spinat, Erbsli, Bohnen, Karotten, Sellerie, Randen, Gurken, Gemüsekonserven	10
Salat, Kopfsalat, Nüßlisalat, Karottensalat, Randensalat, Selleriesalat	10
Früchte, Kirschen, Erdbeeren, Aepfel, diverse tiefgefrorene Früchte, Früchtekonserven	10
Frucht- und Gemüsekonzentrate	5
Trockengemüse, Karottenpulver, Dörrbohnen	5
Petersilienblätter getrocknet, Pilze getrocknet	2
Trockenfrüchte, Dörrobst, Datteln, Feigen	10
Kaffee-Trockenextrakte	10
Bohnenkaffee, roh	10
Trockentreber von Bier	10
Gefriervollei	5
Fleisch, Fische (frisch, tiefgefroren oder Vollkonserven), Muscheln, Crevetten, Seehasenrogen, Rollmops	10
Tiefkühlprodukte, Pizza, Suppe,	10
Käschüechli	5
Zigaretten mit Papier	5

e) Flüssigkeiten
— 25 ml Flüssigkeit in ein Zentrifugenglas (ca. 70 ml) abmessen.
— 1,0 g insektizidfreies Speiseöl (Erdnußöl) zugeben.
— 20 ml Methanol
— 0,4 g Natriumoxalat
— 1 ml Eisessig zugeben.

— Weiter mit Petroläther mixen wie bei fettreichen Produkten (total 3 Extraktionen mit je 20 ml Petroläther)
— Die vereinigten Petroläther-Extrakte durch Watte und Natriumsulfat in ein Becherglas filtrieren, welches
— 2g Celite enthält.
— Petroläther bei Zimmertemperatur im gereinigten Luftstrom abdampfen.
— Mit diesem öl-imprägnierten Celite die Säule I aufbauen. (Siehe Mitt. **61**, Seite 161).
— Weiter nach Vorschrift: «Säulenchromatographische Reinigung und Anreicherung» (Siehe Mitt. **61**, Seite 162).

Zusammenfassung

In Anlehnung an die Arbeitsvorschrift für die Bestimmung der Insektizide in Käse wird eine für alle Lebensmittel anwendbare Methode zur Gewinnung des Rohextraktes für die Pestizid-Analyse mitgeteilt. Das abgewogene Material wird in einem Zentrifugenglas mit Puffer (Natriumoxalat-Essigsäure), Methanol und Petroläther versetzt und mittels Ultraschallmixer homogenisiert. Anschließend wird zentrifugiert und die Petroläther-Phase, welche die Lipoide und die chorierten Kohlenwasserstoffe enthält, abgetrennt. Bei fettarmen Proben wird vor dem Homogenisieren 1 g raffiniertes Erdnußöl zugesetzt. Dadurch werden Verluste an Insektiziden beim späteren Arbeitsgang vermieden. Die Trennung der Insektizide von den Lipoiden erfolgt säulenchromatographisch, wie früher beschrieben.

Résumé

En marge du mode opératoire pour le dosage des insecticides dans le fromage on communique une méthode commune pour l'obtention de l'extrait brut des pesticides dans toutes les autres denrées alimentaires.

Il s'agit d'ajouter dans un gros tube de centrifugation au produit préalablement pesé, une solution tampon (d'oxalate de sodium et d'acide acétique), du méthanol et de l'éther de pétrol. On homogénéise à l'aide d'un mixer à ultra-son et l'on centrifuge ensuite. On décante la phase étherée qui contient les lipoïdes et les carbures d'hydrogène chlorés. Pour des échantillons pauvres en matières grasses on évite les pertes d'insecticides durant la suite de leur dosage en ajoutant avant l'homogénéisation un gramme d'huile d'arachide raffinée. La séparation des insecticides des lipoïdes se fait par chromatographie sur colonne comme décrit antérieurement.

Literatur

1. Changes in Official Methods of Analysis made in the eightyfirst annal meeting October 9—12, 1967. J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists **51**, 472—481 (1968).
2. *Hadorn H.* und *Zürcher K.:* Säulenchromatographische Aufarbeitung chlorhaltiger Insektizidrückstände aus Käsefett und quantitative GC-Analyse. Mitt. Gebiete Lebensm. u. Hyg. **61**, 141—169 (1970.
3. *Hadorn H.* und *Zürcher K.:* Bestimmung von chlorhaltigen Insektizidrückständen in Kakao und Schokolade. Intern. Fachschr. Schokolade-Ind. **26**, 9—19 (1971).
4. *Hadorn H.* und *Zürcher K.:* Planung und Durchführung von Ringversuchen für die Bestimmung von Insektizidrückständen. Deut. Lebensm. Rundschau **69**, (im Druck) 1973.