

Zur Analytik von Keimhemmungsmitteln in Kartoffeln. Part 2, Bestimmung von Dichlobenil-Rückständen

Autor(en): **Cerny, M. / Blumenthal, A.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **68 (1977)**

Heft 4

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982244>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern. Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Zur Analytik von Keimhemmungsmitteln in Kartoffeln

II. Bestimmung von Dichlobenil-Rückständen

M. Cerny und A. Blumenthal

Zentral-Laboratorium des Migros-Genossenschafts-Bundes (MGB), Zürich

Einleitung

Präparate mit dem Wirkstoff Dichlobenil (2,6-Dichlorbenzonnitril) können nebst IPC- und CIPC-haltigen Mitteln zur Hemmung des Auskeimens lagernder Kartoffeln eingesetzt werden. Eine rückstandsanalytische Methode sollte deshalb alle drei Wirkstoffe erfassen. Die von uns früher veröffentlichte Methode für die Bestimmung der IPC- und CIPC-Rückstände (1) wurde daher so abgeändert, daß auch die Rückstände von Dichlobenil bestimmt werden können.

Experimenteller Teil

Extraktion und Reinigung

Die Extraktion wird wie früher beschrieben durchgeführt. Uebersichtshalber ist hier der Arbeitsvorgang kurz wiederholt. 50 g Kartoffelbrei mit 80 g Natriumsulfat und 150 ml Hexan werden mittels eines Polytron-Mixers gut homogenisiert. Der Extrakt wird abfiltriert, der Rückstand auf dem Filter viermal mit je 50 ml Hexan nachgewaschen und die vereinigten Filtrate im Rotationsverdampfer auf ca. 15 ml eingeeengt und auf 25 ml aufgefüllt.

Ein aliquoter Teil (5—10 ml) wird an einer Chromatographiesäule (10 mm i. D.), gefüllt mit 20 g Aluminiumoxid (Merck 1097, Aktivitätsstufe II—III), gereinigt. Die Elution wird mit dem Hexan-Diäthyläther 1:1 (v/v) Gemisch durchgeführt.

Dabei werden folgende Fraktionen entnommen:

1. Fraktion, $V = 15$ ml, enthält pflanzliche Inhaltsstoffe — wird verworfen
2. Fraktion, $V = 25$ ml, enthält Dichlobenil
3. Fraktion, $V = 50$ ml, enthält IPC und CIPC

Die obgenannten Elutionsvolumina stellen Durchschnittswerte dar, da die Aktivität von Aluminiumoxid, je nach Charge, leicht schwanken kann. Ebenfalls

kann eine längere Aufbewahrung eine Veränderung der Aktivität bewirken. Deshalb müssen zuerst einige Elutionsversuche mit den Wirkstoffen durchgeführt und die genauen Elutionsvolumina ermittelt werden, wobei diese von den hier angegebenen Werten nicht stark abweichen dürfen (max. ± 5 ml des Fraktionsvolumens). Bei stärkeren Abweichungen soll eine neue Flasche, bzw. eine andere Charge von Al_2O_3 verwendet werden.

Gaschromatographie

Für gaschromatographische Bestimmungen wurde eine OV-17 Säule (3% auf Gas-Chrom Q 100/120 mesh, Länge 150 cm, 2 mm i. D., Glass) bei 150°C verwendet, da auf dieser Säule eine gute Trennung aller drei Wirkstoffe erreicht wird (Abb. 1).

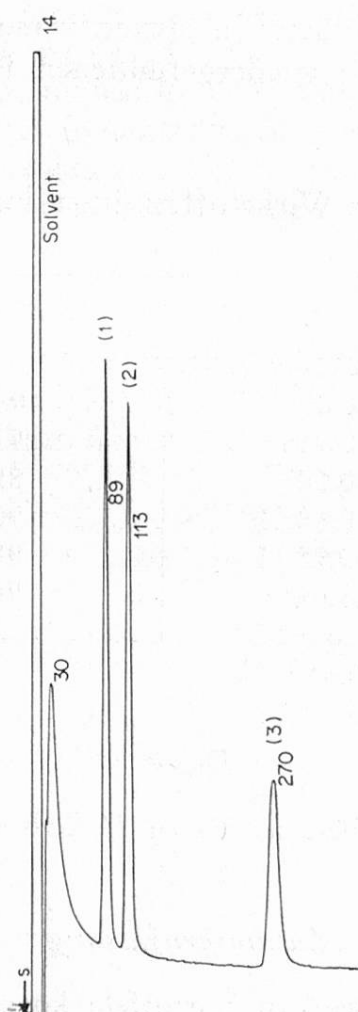


Abb. 1. GC-Trennung der Keimhemmungsmittel auf der OV-17 Säule, Detektor Thermoionic ((AFID)

Dichlobenil (1), IPC (2), CIPC (3)

Einspritzmenge je 10 ng

Angaben der Retentionszeit in Sek.

Der Durchfluß des Trägergases (N₂) betrug 50 ml/min. Zum Nachweis wurde der stickstoffempfindliche thermoionische Detektor (AFID Varian) benutzt. Die Nachweisgrenze für IPC, CIPC und Dichlobenil in Kartoffelextrakten liegt bei ca. 1 ng (entspricht ca. 0,02 ppm in Kartoffeln).

Für eine größere Empfindlichkeit empfiehlt sich der Elektroneneinfangdetektor (ECD); die Nachweisgrenze liegt im pg-Bereich. Der Einsatz des ECD ermöglicht auch eine selektivere Bestimmung von Dichlobenil, da in der 2. Fraktion noch ein Teil der stickstoffhaltigen pflanzlichen Inhaltsstoffe, die mit dem AFID nachgewiesen werden und stören können, eluiert wird.

Die beiden Carbaminsäurederivate IPC und CIPC werden mit dem ECD im ppm-Bereich nicht erfaßt.

Bestimmung der Ausbeute

Kartoffelbrei ohne nachweisbare Dichlobenil-Rückstände wurde mit entsprechenden Mengen von Dichlobenil in Hexan versetzt. Nach einer Stunde wurden die Proben extrahiert. Die wiedergefundenen Konzentrationen sind in der Tabelle 1 zusammengefaßt.

Tabelle 1. Ausbeute bei Wirkstoffzusätzen im Bereich 0,01—4 ppm

Wirkstoffzusatz (ppm)	Gefunden (ppm)	Ausbeute %	Detektor
0,01	0,095	95	ECD
0,05	0,046	92	ECD
0,1	0,085	85	ECD
0,2*	0,18	90	AFID
1,0	0,98	98	AFID
4,0	3,61	90	AFID

* Toleranz 0,2 ppm.

Dank

Für die experimentelle Mitarbeit sei Herrn *H. Schaufelberger* auch an dieser Stelle herzlich gedankt.

Zusammenfassung

Die Rückstände von Dichlobenil in Kartoffeln können mit der leicht abgeänderten Methode für IPC und CIPC bestimmt werden.

Nach der Extraktion der Probe mit Hexan wird der Dichlobenil-Rückstand an einer Aluminiumoxidsäule gereinigt; IPC und CIPC werden in der folgenden Fraktion eluiert.

Die Bestimmung von Dichlobenil erfolgt dann gaschromatographisch mit dem thermoionischen Detektor (Nachweisgrenze < 0,02 ppm in Kartoffeln) oder vorzugsweise mit dem Elektroneneinfangdetektor (Nachweisgrenze im ppb-Bereich).

Im Bereich 0,01—4 ppm wurden 85—98% vom zugesetzten Wirkstoff wiedergefunden.

Résumé

Les résidus de dichlobenil dans les pommes de terre peuvent être déterminés par la méthode utilisée pour doser le IPC et le CIPC légèrement modifiée.

Après l'extraction de l'échantillon à l'hexane, on purifie le résidu de dichlobenil sur colonne à l'oxide d'aluminium; IPC et CIPC sont élués dans la fraction suivante.

La détermination du dichlobenil s'effectue alors, par chromatographie en phase gazeuse, au moyen d'un détecteur thermoionique (limite de détection $< 0,02$ ppm dans les pommes de terre), ou de préférence avec un détecteur à capture d'électrons (limite de détection de l'ordre de grandeur du ppb).

Entre 0,01 et 4 ppm, on retrouve 85 à 98% du dichlobenil ajouté.

Summary

The residues of dichlobenil in potatoes can be determined by the slightly modified method for IPC and CIPC.

After the extraction with hexane, the residue of dichlobenil is cleaned up on an alumina column; IPC and CIPC are eluted in the following fraction.

The determination is then performed by GLC with the nitrogen-sensitive thermoionic detector (sensitivity $< 0,02$ ppm in potatoes) or preferably with the electron capture detector (sensitivity in the ppb-range).

Recoveries from fortified samples at 0,01—4 ppm levels ranged from 85 to 98%.

Literatur

1. Cerny, M. und Blumenthal, A.: Zur Analytik von Keimhemmungsmitteln in Kartoffeln. Gaschromatographische Bestimmung der IPC- und CIPC-Rückstände mittels eines thermoionischen Detektors. Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. **63**, 289—296 (1972).

Dr. A. Blumenthal
Dr. M. Cerny
Zentral-Laboratorium des
Migros-Genossenschafts-Bundes
Limmatstraße 152
CH-8031 Zürich