

# Analytik herbizider Wirkstoffe (Phenmedipham, Metamitron und Ethofumesate) in Böden mittels HPLC

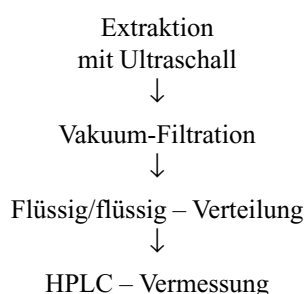
L. MATSCHEK und A. BUSCH-PETERSEN

Die hier vorgestellte Pestizidanalytik ist Teil des Projekts „Verhinderung der Bodenerosion in Hanglagen“, das am Institut für Hydraulik und Landeskulturelle Wasserwirtschaft, BOKU Wien, unter der Leitung von ao.Univ. Prof. DI Dr. Andreas KLIK durchgeführt wird. In dem Projekt werden ausgewählte Erosionsflächen unter die Lupe genommen. Umfangreiche physikalische, biologische und chemische Untersuchungen werden durchgeführt um den Abtrag von Nähr- und Schadstoffen festzustellen und Gegenmaßnahmen zu erarbeiten.

Die Wirkstoffe Phenmedipham und Ethofumesate sind im Pflanzenschutzmittel Betanal Magic Tandem und Metamitron im Pflanzenschutzmittel Goltix enthalten. Beide Pflanzenschutzmittel werden in großem Umfang in Rübenkulturen im Ackerbau eingesetzt.

Das Abbauverhalten im Boden kann als gut bezeichnet werden. Der  $DT_{50}$  Wert beträgt 30 bis 45 Tage. Die Mobilität im Boden ist bei Ethofumesate gering und bei den zwei anderen Wirkstoffen sehr gering.

Die von uns verwendete Analysenmethode läuft in folgenden Arbeitsschritten ab:



## Probenaufarbeitung

- 50 g gesiebter Boden in Erlenmeyer einwiegen
- Mit 50 ml Wasser 5 min Ultraschallbad
- 200 ml Aceton zugeben und eine hal-

be Stunde Ultraschallbad

- Abdekantieren und Extrakt aufheben, nochmals 100 ml Aceton zugeben und eine halbe Stunde Ultraschallbad
- Boden-Extrakt-Suspension über eine Porzellannutsche mit Hilfe von Celite unter Anlegen eines Vakuums abfiltrieren
- Filtrat aus Saugflasche in Rundkolben überführen und am Vakuumrotationsverdampfer Aceton einengen
- Zurückbleibenden wässrigen Extrakt für die Flüssig/flüssig-Extraktion verwenden
- In Scheidetrichter füllen und Ausschütteln mit 3 x 50 ml Dichlormethan
- Organische Phasen vereinigen und mit Natriumsulfat trocknen
- Abfiltrieren über Faltenfilter in Spitzkolben, ca. 5 ml Acetonitril dazugeben und am Vakuumrotationsverdampfer auf ein Volumen von 2 - 3 ml einengen
- In 10 ml Messkölbchen überführen und mit Acetonitril auffüllen

## HPLC-Vermessung

- Gerät: HPLC 1090 mit DAD
- Säule: Lichrospher 100 RP-18 (5 µm)
- Mobile Phase: Acetonitril / Wasser mit Gradientenelution
- Injektionsvolumen: 20 µl
- Ofentemperatur: 40 °C
- Flussrate: 1,2 ml / min
- Messwellenlänge: 235 nm

Es wurden 10 Zusatzversuche mit blindwertfreiem Boden durchgeführt. Die Wiederfindungsraten betragen bei Phenmedipham 69 bis 117 % (Mittelwert 93 %), bei Metamitron 85 bis 95 % (Mittelwert 91 %) und bei Ethofumesate 93

bis 111 % (Mittelwert 100 %).

Die Applikation der Pflanzenschutzmittel Betanal Magic Tandem und Goltix erfolgte am 15. Mai 2001 bei drei verschiedenen Versuchsflächen. Die Probenahme erfolgte am nächsten Tag. Es wurden bei allen drei Versuchsflächen aus jeweils drei verschiedenen Bodentiefen Proben entnommen, und zwar aus 0 bis 2,5 cm, 2,5 bis 5 cm und 5 bis 10 cm Tiefe. Die Bodenproben wurden gleich nach der Probenahme tiefgefroren und bis zur Analyse gelagert.

Bei der Analyse der Bodenproben waren Belastungen von Phenmedipham und Ethofumesate nur in der oberen Bodenschicht (0 bis 2,5 cm) zu finden. Bei Phenmedipham bewegten sich die Analysenwerte von 1189 bis 1413 µg/kg und bei Ethofumesate wurden 874 bis 1041 µg/kg gefunden. Bei Metamitron waren sowohl in der oberen als auch in der mittleren Bodenschicht (2,5 bis 5 cm) nennenswerte Mengen nachweisbar. In der oberen Bodenschicht wurden Werte von 4804 bis 6620 µg/kg gemessen. In der mittleren Bodenschicht waren noch Werte von 129 bis 1207 µg/kg Metamitron zu finden. In der unteren Bodenschicht (5 bis 10 cm) waren bei allen drei Wirkstoffen die Messwerte kleiner als die Nachweisgrenze von 50 µg/kg.

Die Entnahme von Bodenproben bei allen drei Versuchsflächen wurde im Abstand von 14 Tagen wiederholt, um das Abbauverhalten der drei Wirkstoffe zu studieren. Beim Vergleich der Analysenwerte von Bodenproben aus der oberen Bodenschicht (0 bis 2,5 cm) zeigte sich folgender Trend:

Bei Phenmedipham konnten nur bei der ersten Probenahme Belastungen festgestellt werden. Bei den nachfolgenden Probenahmen waren die Messwerte kleiner als die Nachweisgrenze (50 µg/kg) bzw. Bestimmungsgrenze (120 µg/kg).

Etwas anders zeigte sich die Lage bei

**Autoren:** Ing. Leopold MATSCHEK, Österr. Agentur für Gesundheit und Ernährungssicherheit GmbH, Abteilung Ökochemie, Spargelfeldstraße 191, A-1226 WIEN und Dr. Alina BUSCH-PETERSEN, Universität für Bodenkultur, Gregor-Mendel-Straße 33, A-1180 WIEN



Metamitron. Hier konnten sowohl bei der ersten als auch bei der zweiten Probenahme nennenswerte Mengen festgestellt werden. Erst bei der dritten Probenahme waren die Messwerte kleiner als die Nachweisgrenze (50 µg/kg) bzw. Bestimmungsgrenze (120 µg/kg). Hingegen waren bei Ethofumesate bei allen drei Probenahmen Werte, die deutlich über der Bestimmungsgrenze (140 µg/kg) liegen feststellbar, wobei aber auch hier wie schon bei den zwei anderen Wirkstoffen eine kontinuierliche Abnahme zu beobachten war.