

Evaluierung einer Pestizidmultimethode mittels GPC und GC – MS

K. THALLER und I. ELMADFA

Ziel dieser Arbeit war es, Pestizidrückstände auf Lebensmitteln mittels automatisierter Gelpermeationschromatographie (GPC) und Gaschromatographie – Massenspektrometrie (GC-MS) qualitativ und quantitativ zu bestimmen.

Der Weg zur Überprüfung der Rückstände und damit der Einhaltung der gesetzlichen Höchstwerte ist unterschiedlich. Vielerorts wird die Methode der DFG S19 angewandt. Nachteil dieser Methode ist jedoch, dass es trotz aufwendiger „Clean-up-Methoden“ notwendig ist, unterschiedliche Detektionssysteme für die Analytenbestimmung einzusetzen.

In der Diplomarbeit wurde versucht, in einem einzigen Analysenschritt die in Frage kommenden Pestizide, mit entsprechender Nachweisempfindlichkeit zu detektieren.

Nach automatischer Probenaufreinigung mittels GPC wurden die Proben mit einem massenselektivem Detektionssystem analysiert.

Gearbeitet wurde mit über 60 Substanzen, hauptsächlich aus den Gruppen der Carbamate, Organochlorpestizide, Organophosphorpestizide und der Pyrethroide.

Die Elutionsbereiche dieser Substanzen wurden ermittelt und ein Faktor bestimmt. Elutionsbereiche aller in der DFG S19 angeführten Wirkstoffe können damit berechnet, und mit dieser Methode nachgewiesen werden.

Wiederfindungsversuche wurden sowohl ohne - als auch in Matrix durchgeführt. Die Wiederfindungsraten lagen innerhalb der Grenzen von 70% – 120%.

Die Nachweisgrenzen wurden theoretisch mit Hilfe des TIC aus den Wiederfindungsversuchen ermittelt und praktisch in 4 Aufarbeitungsversuchen nachgewiesen. Die Nachweisgrenzen aus der Literatur, die jedoch in Anwesenheit von Matrix durchgeführt wurden, liegen weit über den von mir ermittelten Werten.

Als Beispiel für eine schwierig aufzuar-

beitende Matrix wurden 11 grüne Tees untersucht. Die Tees wurden mit Wirkstoffen der Konzentrationen an den jeweiligen gesetzlichen Höchstmengen dotiert. Aus 4 Aufarbeitungen wurden die Wiederfindungen die zwischen 60% und 120% liegen ermittelt.

Insgesamt wurden in den Tees zwölf verschiedene Wirkstoffe qualitativ nachgewiesen und auch quantifiziert. Die Pflanzenschutzmittel-Belastung betrug in den Tees bis zu 2,9 mg/kg.

Von insgesamt 7 untersuchten Salatproben aus Österreich, Italien und Ungarn waren nur in 2 Proben Spuren von Pflanzenschutzmitteln nachzuweisen.

In den Milchproben wurden die Organochlorpestizide Hexachlorbenzol und DDE nachgewiesen.

Die ermittelten Werte lagen im extrem niedrigen Bereich an der analytischen Nachweisgrenze und damit weit unterhalb der Höchstwerte der Rückstandshöchstwerte-Verordnung.

