

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

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 66 (1975)

Heft: 2

Artikel: Sweep Co-Destillation als Reinigungsverfahren zur routinemässigen Bestimmung der Organochlorpestizidrückstände in fetthaltigen Lebensmitteln

Autor: Gay, L. / Cerny, M.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982675>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. 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. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

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. [Voir Informations légales.](#)

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. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 14.03.2025

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

Sweep Co-Destillation als Reinigungsverfahren zur routinemäßigen Bestimmung der Organochlorpestizid- rückstände in fetthaltigen Lebensmitteln

L. Gay

Chem. Laboratorium der Stadt Zürich, Pestizid-Abteilung

M. Cerny

Migros-Genossenschafts-Bund, Zentrallaboratorium, Zürich

Einleitung

Für die routinemäßige Bestimmung der Organochlorpestizidrückstände in Lebensmitteln ist ein schnelles und zuverlässiges Extraktreinigungsverfahren (Cleanup) von großer Bedeutung. Die vielgebrauchten Methoden auf der Basis der Verteilung zwischen Lösungsmitteln verschiedener Polarität bedingen einen hohen Zeit- und Arbeitsaufwand.

Die von *Storherr* und *Watts* zuerst für phosphorhaltige Insektizidrückstände entwickelte Reinigungsmethode — die sog. Sweep Co-Destillation (1, 2) —, die später auch für die Bestimmung der Organochlorpestizide angewendet wurde (3, 4, 5), ermöglicht eine bedeutende Verkürzung der Analysenzeit. Die Sweep Co-Destillation (weiter SCD) wurde in unseren Laboratorien zunächst mittels einer einfachen Versuchsanordnung überprüft. Nach Optimierung der Bedingungen wurden gute Resultate erzielt. Zur routinemäßigen Durchführung der SCD haben wir dann ein im Handel erhältliches Gerät entsprechend modifiziert. Die Dosierung des Lösungsmittels erfolgt nicht durch wiederholte Einspritzungen, sondern kontinuierlich als Trägergas/Lösungsmitteldampfgemisch. Weiter sind die ursprünglichen Rohrverbindungen durch zuverlässige, gasdichte Fittings ersetzt worden.

Prinzip der Methode

Die Trennung der flüchtigen Pestizide von nichtflüchtigen Bestandteilen der Probe erfolgt in einer geheizten Säule mit geeigneter Füllung. Durch die Säule strömt ein inertes Trägergas mit Lösungsmitteldämpfen. Der eingespritzte Extrakt verteilt sich an der Oberfläche der Füllung in Form einer dünnen Schicht. Aus dieser werden die flüchtigen Pestizide durch die kombinierte Wirkung von Trägergas, Wärme und Lösungsmitteldampf herausdestilliert. Nach Kondensation werden sie zusammen mit dem Lösungsmittel in einer Vorlage aufgefangen.

Reagenzien

- Hexan-Fraktion, Sdp 67—68°C, dest., geeignet für Rückstandsanalyse mit Elektroneneinfangdetektor (ECD)
- Stickstoff, GC-Qualität
- Anakrom ABS, 80—90 mesh (Analabs)
- Dimethyldichlorsilan (DMCS) 10% in Toluol.

Geräte

- Apparatur für SCD. Es wurde das im Handel erhältliche 4-Säulen-Gerät der Firma Kontes eingesetzt (Sweep Co-Destiller K-500 750, Kontes Co., Vine-land, N. J. USA). Dieses Gerät weist eine verhältnismäßig einfache Konstruktion auf, einige Teile sind deshalb für unsere Serienuntersuchungen ersetzt worden. So wurden die Verbindungen mittels den gasdichteren Swagelok-Fittings hergestellt. Vor allem ist die Apparatur mit einer einfachen Vorrichtung zur kontinuierlichen Dosierung des Lösungsmittels in den Trägergasstrom und nachfolgender Vorheizung des Gemisches erweitert (siehe Abb. 2).
- Injektionspritze mit PTFE-Kolben, Inhalt 2 ml, Nadel 50 mm (z. B. Precision Sampling Co., Nr. 030034).

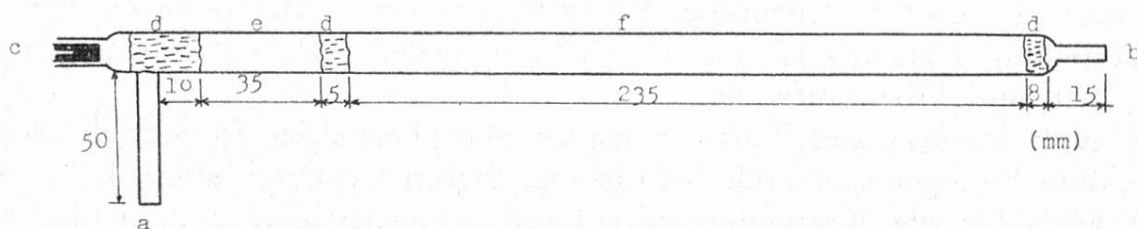


Abb. 1. SCD-Säule

- a Zuleitung für Trägergas-/Hexangemisch (Anschluß 1/4" Swagelok).
- b Ausgang der Säule (Anschluß 1/4" Swagelok).
- c Einspritzgummi (GC-Plug), ϕ 6 mm, Länge 8 mm (Kontes).
- d Silanisierte Glaswolle (Pyrex).
- e Glaskugeln, ϕ 0,5 mm, silanisiert.
- f Glaskugeln, ϕ 3 mm, silanisiert.

Füllung der SCD-Säule

Alle Bestandteile der Füllung sowie das Glasrohr selbst sind mit Dimethyldichlorsilan (10% in Toluol) zu silanisieren. Diese Maßnahme reduziert die katalytische Aktivität der Säule und erleichtert deren Reinigung nach der Analyse. Die Dimensionen der Säule und der Aufbau der Füllung sind in der Abbildung 1 dargestellt.

Der Einspritzgummi darf keine schwefelhaltigen Vulkanisatoren enthalten, da diese bei den gaschromatographischen Analysen mit dem Elektroneneinfangdetektor als interferierende Artefakte stören. Die Kontes-Septa erfüllen diese Anforderungen.

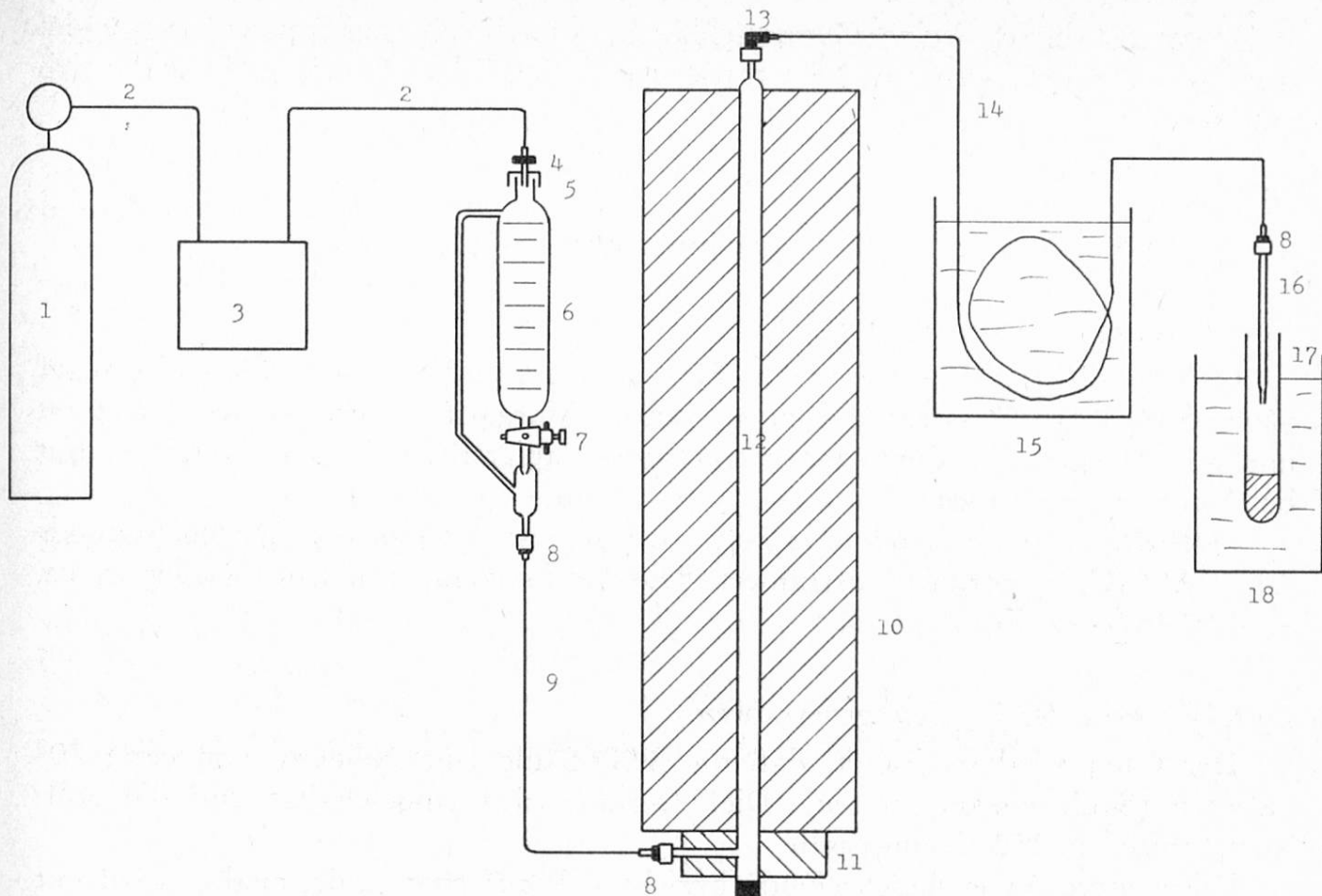


Abb. 2. Schema der Apparatur

- 1 Druckflasche mit N₂ und Reduzierventil.
- 2 Gaszuleitung aus Polypropylen 1/8'' (Impolene).
- 3¹ Rotameter mit Nadelventil, Regelung der Durchflußmenge N₂.
- 4 Swagelok Reducer 1/8'', Nr. 200-R-4, aus Messing.
- 5 Sovirel Schraubverbindung, SLV Nr. 15, Dichtung für 6 mm ϕ .
- 6 Tropftrichter mit Druckausgleich.
- 7 PTFE-Hahn mit Regulierschraube für Hexan-Dosierung.
- 8² Swagelok Reducing Union 1/4''—1/8'', Nr. 400-6-2, aus PTFE (evtl. Messing) mit PTFE-Dichtungen (Ferrules).
- 9 PTFE-Schlauch (Spaghetti) 1/8'' Außendurchmesser, AGW Nr. 10 (Angst & Pfister, Zürich).
- 10¹ Ofen mit Temperaturregelung und -kontrolle.
- 11 Separate Vorheizung der Einspritzzone (Option).
- 12 SCD-Säule.
- 13³ Swagelok Reducing Elbow 1/4''—1/8'' PTFE.
- 14 PTFE-Kühlspirale (Spaghetti), AGW Nr. 16, Länge 1,8 m (Angst & Pfister, Zürich).
- 15¹ Kühlbad 0°C.
- 16¹ Skrubber-Säule, gefüllt mit Anakrom (Kondensierhilfe).
- 17 Reagenzglas 25 ml, graduiert.
- 18¹ Wasserbad (Raumtemperatur).

Bemerkungen :

1. Bestandteile der Kontes-Apparatur K-500750.
2. Bei Verwendung von Reducing Union aus Messing mit PTFE-Dichtungen ist es empfehlenswert, die Bohrungen auf der 1/4''-Seite um ca. 5 mm zu vertiefen. Dadurch wird eine bessere mechanische Stabilität der Verbindung mit dem Glasrohr erreicht.
3. Für den Anschluß der Kühlspirale auf der 1/8''-Seite wird eine Silikongummidichtung aus halbiertem Kontes GC-Plug verwendet. Die Kontes Apparatur mit den hier beschriebenen Modifikationen und der Vorrichtung für kontinuierliche Zugabe des Lösungsmittels ist jetzt bei der Firma Hauri & Kempf AG, Zug, erhältlich.

Ebenfalls dürfen keine Gummischläuche für die Gasleitungen verwendet werden. Gasleitungen aus Polypropylen und PTFE haben sich im Dauerbetrieb gut bewährt.

Arbeitsvorschrift

Vorbereitung der Proben für SCD

Oele und Fette: 5 g werden in Hexan gelöst und in einem Meßkolben auf 10 ml aufgefüllt. Wasserhaltige Fette (Butter, Margarine) werden zuerst erwärmt und mittels Filtration durch einen trockenen Papierfilter, der mit Natriumsulfat beschickt ist, getrocknet.

Fetthaltige Lebensmittel: Das Fett wird vorerst mit einer geeigneten Methode (z. B. AOAC) quantitativ extrahiert. Die Fettkonzentration soll wiederum ca. 5 g / 10 ml betragen.

Durchführung des Reinigungsverfahrens

Der Ofen wird so fixiert, daß die SCD-Säule eine Neigung von etwa 70° aufweist (Säuleneingang unten). Die Heizung wird eingeschaltet und die Soll-Temperatur auf 250°C eingestellt.

Die weitere Arbeitsbeschreibung bezieht sich auf *eine* Säule, analog wird mit den weiteren Säulen verfahren. Der Stickstoffdurchfluß soll 250 ± 20 ml/min betragen. Der Tropftrichter wird mit ca. 30 ml Hexan gefüllt. Man prüft die Dichtheit aller Verbindungen (Snoop Leak Detector, Nupro Co.).

Bevor die Probe eingespritzt wird, läßt man langsam 3—5 ml Hexan aus dem Tropftrichter in den Trägergasstrom fließen. Dadurch wird die Apparatur zusätzlich vorgereinigt. Dieser Vorlauf wird verworfen.

2 ml des Fettextraktes (1 g Fett) werden mit der Injektionsspritze in die Säule eingespritzt. Die Einspritzung soll langsam erfolgen (20—30 sec), damit auf der Säule keine momentane Ueberlastung auftritt. Auf keinen Fall darf der Extrakt in den unteren Teil der Säule zurückfließen. Beim Einspritzen wird die Spritze langsam gedreht, dadurch wird die Fettlösung regelmäßig auf der Füllung verteilt. Falls die Viskosität des Extraktes zu hoch ist, soll eine Lösung mit niedrigerer Fettkonzentration vorbereitet werden und dementsprechend ist ein größeres Volumen einzuspritzen. Fettmengen, größer als 1 g, verursachen eine Ueberlastung der Säule, wobei Fettanteile in die Kühlspirale gelangen können.

2—3 Minuten nach dem Einspritzen der Probe beginnt man, Hexan aus dem Tropftrichter in das Trägergas einzuleiten. Der Zufluß soll ca. 20 ml in 30 min betragen (Tropfgeschwindigkeit ca. 20 Tropfen/min). Nach 30 min stellt man den Hexanzufluß in das Trägergas ab, wartet 1 Minute und kuppelt die Kühlspirale mit der PTFE-Verbindung von der Säule ab. Mittels einer Spritze wird die Kühlspirale zweimal mit je 1 ml Hexan durchgespült. Jedesmal wird sie für kurze Zeit wieder mit der Säule verbunden, damit das Trägergas das Lösungsmittel durch die Kühlspirale und den Skrubber in die Vorlage transportieren

kann. Man spült die Spitze der Skrubbersäule und die Innenwandung des Reagenzglases mit wenig Hexan zum Kondensat.

Das Kondensat im Reagenzglas wird auf ein geringes Volumen eingeeengt und säulenchromatographisch (z. B. Florisil-Säule) weiter gereinigt. Werden nicht unmittelbar anschließend weitere Proben in das System eingegeben, so kann das Abdampfen des Lösungsmittels direkt mit dem Stickstoffstrom aus dem Skrubber vorgenommen werden.

Reinigung der Säule

Durch die abgekühlte Säule wird mittels einer Wasserstrahlpumpe nacheinander je ca. 25 ml Benzol, 25 ml Aethylacetat und 25 ml Aceton langsam durchgesaugt. Nach anschließender halbstündiger Trocknung bei 180—200°C ist die Säule wieder einsatzbereit.

Ist die Säule durch verkohlte Reste stark verunreinigt (nach 10—15 Analysen), wird die Füllung der Säule entleert. Das Rohr und die Glaskugeln werden in Chromschwefelsäure über Nacht eingelegt.

Nach gründlichem Spülen mit dest. Wasser und Aceton werden diese Teile im Heißluftschrank bei 200°C getrocknet und erneut mit DMCS silanisiert.

Resultate von Zusatzversuchen

In den Tabellen 1—5 sind die Resultate der Zusatzversuche mit verschiedenen Substraten zusammengefaßt.

Die Extrakte wurden nach der Sweep Co-Destillation mittels einer 2-g-Florisil-Säule (mit 6% Wasser deaktiviert) weiter gereinigt: 1. Fraktion 15 ml Hexan, 2. Fraktion 12 ml Hexan-Aethyläther (24 : 1 v/v). Die gaschromatographischen Bestimmungen der Substanzen wurden auf zwei verschiedenen Säulen (3% DC-200 auf Gaschrom Q 100/120 mesh und 1,95% QF-1 + 1,5% OV-17 auf Gaschrom Q 100/120 mesh) mit dem ECD vorgenommen. Tabelle 6 zeigt die Resultate der Vergleichsuntersuchungen von fetthaltigen Proben mittels der SCD- und der AOAC-Methode.

Schlußfolgerungen

Bei den durchgeführten Versuchen mit zugesetzten Wirkstoffen ist eine gute Ausbeute für alle wichtigen Organochlorpestizide erreicht worden. Ebenfalls die Vergleichsversuche mit der AOAC-Methode haben eine gute Uebereinstimmung der Resultate ergeben. Bei Wirkstoffen mit einem ungünstigen Verteilungskoeffizienten (z. B. HCB) kann mit der SCD eine deutlich höhere Ausbeute erzielt werden.

Nach der zusätzlichen Reinigung der SCD-Extrakte an einer kleinen Florisil-säule können die Organochlorpestizide noch im Konzentrationsbereich 5—10 ppb (im Fett) einwandfrei bestimmt werden.

Tabelle 1 Sweep Co-Destillation — Bestimmung der Ausbeute;
 Substrat: 1 g Erdnußöl (keine nachweisbaren Rückstände)
 A, B — parallel durchgeführte Versuche

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoff- menge (ppb)*	Gefunden (ppb)*		Ausbeute (%)		Ausbeute Mittelwert (%)
			A	B	A	B	
1	HCB	10	12	9	120	90	105
	α -HCH	10	11	10	110	100	105
	β -HCH	10	7	9	70	90	80
	γ -HCH	10	11	10	110	100	105
	Aldrin	20	21	19	105	95	100
	Dieldrin	20	22	19	110	95	102
	Heptachlorepoxyd	20	18	18	90	90	90
	p,p'-DDE	20	19	21	95	105	100
	p,p'-DDT	50	52	48	104	96	100
2	HCB	20	19	18	95	90	92
	α -HCH	20	22	21	110	105	108
	β -HCH	20	19	19	95	95	95
	γ -HCH	20	20	17	100	85	92
	Aldrin	50	49	48	98	96	97
	Dieldrin	50	50	47	100	94	97
	Heptachlorepoxyd	50	50	48	100	96	98
	p,p'-DDE	50	48	49	96	98	97
	p,p'-DDT	100	96	100	96	100	98
3	HCB	50	45	46	90	92	91
	α -HCH	50	43	46	86	92	89
	β -HCH	50	46	46	92	92	92
	γ -HCH	50	53	54	106	108	107
	Aldrin	100	96	92	96	92	94
	Dieldrin	100	112	98	112	98	105
	Heptachlorepoxyd	100	101	96	101	96	98
	p,p'-DDE	100	102	103	102	103	102
	p,p'-DDT	200	200	184	100	92	96
4	HCB	100	85	94	85	94	90
	α -HCH	100	88	88	88	88	88
	β -HCH	100	97	91	97	91	94
	γ -HCH	100	84	95	84	95	90
	Aldrin	200	173	183	87	92	90
	Dieldrin	200	179	194	90	97	94
	Heptachlorepoxyd	200	186	189	93	94	94
	p,p'-DDE	200	184	209	92	104	98
	p,p'-DDT	500	435	476	87	95	91

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoff- menge (ppb)*	Gefunden (ppb)*		Ausbeute (%)		Ausbeute Mittelwert (%)
			A	B	A	B	
5	HCB	200	191	198	96	99	98
	α -HCH	200	191	192	96	96	96
	β -HCH	200	198	179	99	90	94
	γ -HCH	200	187	197	94	98	96
	Aldrin	500	490	493	98	99	98
	Dieldrin	500	502	477	100	95	98
	Heptachlorepoxyd	500	530	543	106	109	108
	p,p'-DDE	500	448	474	90	95	92
	p,p'-DDT	1000	959	987	96	99	98

* Bem.: 1 ppb = 10⁻³ ppm.

*Tabelle 2 Sweep Co-Destillation — Bestimmung der Ausbeute;
Substrat: 1 g Erdnußöl (keine nachweisbaren Rückstände)*

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoffmenge (ppb)	Gefunden (ppb)	Ausbeute (%)
1	Endrin	25	27	108
2	Endrin	50	48	96
3	Endrin	100	98	98
4	Endrin	250	221	88
5	Endrin	500	465	93

Bei gut silanisierten Säulen sind praktisch keine katalytischen Zersetzungen von thermolabilen Wirkstoffen, wie DDT und Endrin, beobachtet worden. Bei stark verunreinigten Säulen kann ein Teil DDT (10—15%) zu TDE dechloriert werden.

Die SCD ermöglicht eine schnelle Rohextraktreinigung. Mit einer Apparatur können in ca. 40 Minuten gleichzeitig vier Extrakte mit einem verhältnismäßig kleinen Arbeitsaufwand gereinigt werden. Im geringen Bedarf an hochreinen Lösungsmitteln liegt ein weiterer Vorteil dieser Methode.

Bei der Anwendung der SCD zur Reinigung pflanzlicher Extrakte wird die Säule schnell durch Verkohlungen verunreinigt, was einen erhöhten Aufwand bei der Säulenreinigung verursacht. Die Bildung solcher Verunreinigungen in der Säule kann jedoch durch den Zusatz einer schwerflüchtigen Flüssigkeit zum Rohextrakt verhindert werden. Ueber die Erfahrung mit diesem Verfahren werden wir in Kürze berichten.

Tabelle 3 Sweep Co-Destillation — Bestimmung der Ausbeute;
Substrat: 1 g Rindertalg raffiniert (keine nachweisbaren Rückstände)

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoffmenge (ppb)	Gefunden (ppb)	Ausbeute (%)
1	HCB	20	13	65
	β -HCH	40	34	85
	γ -HCH	20	20	100
	Aldrin	40	34	85
	Heptachlorepoxyd	50	45	90
	Dieldrin	50	50	100
	p,p'-DDT	200	180	90
2	HCB	100	84	84
	β -HCH	200	174	87
	γ -HCH	100	78	78
	Aldrin	200	152	76
	Heptachlorepoxyd	250	212	85
	Dieldrin	250	250	100
	p,p'-DDT	1000	850	85
3	HCB	200	172	86
	β -HCH	400	368	92
	γ -HCH	200	176	88
	Aldrin	400	336	84
	Heptachlorepoxyd	500	445	89
	Dieldrin	500	510	102
	p,p'-DDT	2000	1940	97

Prinzipiell kann die SCD für die Abtrennung von allen genügend flüchtigen und thermostabilen Mikrokomponenten verwendet werden. So wurde beispielsweise die Anwendung dieser Methode für die Abtrennung von Begasungsmittelrückständen (6) und Herbiziden (7) beschrieben.

Mittels der modifizierten Kontes-Apparatur kann die SCD ohne großen Aufwand in jedem Rückstandslaboratorium realisiert werden. Mit bewährten Einzelteilen der modernen gas- und flüssigkeitschromatographischen Instrumententechnik kann man die SCD-Apparatur neu konzipieren, wobei unter anderem auch eine programmierte, automatische Dosierung der Rohextrakte realisiert werden kann. Ueber solche Konstruktionen ist bereits berichtet worden (8).

Dank

Herrn Stadtchemiker Dr. R. Ch. Brown und Herrn Dr. A. Blumenthal, Vorsteher des MGB Zentral-Laboratoriums, danken wir für die stetige, großzügige Förderung und wohlwollende Unterstützung der umfangreichen Arbeiten.

Tabelle 4 Sweep Co-Destillation — Bestimmung der Ausbeute;
 Substrat: 1 g Butterfett
 A, B — parallel durchgeführte Versuche

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoff- menge (ppb)	Gefunden (ppb)		Ausbeute* (%)		Ausbeute Mittelwert (%)
			A	B	A	B	
1	γ -HCH	—	20	20	} vorhandene Konzentration		
	Aldrin	—	n. n.	n. n.			
	Dieldrin	—	20	20			
2	γ -HCH	10	30	30	100	100	100
	Aldrin	20	20	20	100	100	100
	Dieldrin	25	40	40	80	80	80
3	γ -HCH	20	40	40	100	100	100
	Aldrin	40	50	50	125	125	125
	Dieldrin	50	60	60	80	80	80
4	γ -HCH	100	100	100	80	80	80
	Aldrin	200	180	200	90	100	95
	Dieldrin	250	240	240	88	88	88
5	γ -HCH	100	110	100	90	80	85
	Aldrin	200	200	200	100	100	100
	Dieldrin	250	270	260	100	96	98
6	γ -HCH	200	200	220	90	100	95
	Aldrin	400	420	420	105	105	105
	Dieldrin	500	500	500	96	96	96
7	γ -HCH	400	340	360	80	85	82
	Aldrin	800	710	750	89	94	92
	Dieldrin	1000	850	890	83	87	85

* Für die Berechnung der Ausbeute wurde die im Butterfett bereits vorhandene Konzentration von der gefundenen Konzentration subtrahiert.

Frau D. Hofstetter, Frau A. Rothenbühler und Frau S. Sägesser sind wir für die sorgfältige und gewissenhafte Ausführung der zahlreichen Analysen verpflichtet.

Die Subkommission 19 des Schweizerischen Lebensmittelbuches bekundete großes Interesse und wurde deshalb fortwährend über den Stand der Arbeiten orientiert.

In diesem Zusammenhang hat uns Herr Dr. F. Rinderknecht mit seiner kritischen Durchsicht des Manuskriptes wertvoll unterstützt.

Tabelle 5 Sweep Co-Destillation — Bestimmung der Ausbeute;
 Substrat: 1 g Butterfett
 A, B — parallel durchgeführte Versuche

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoff- menge (ppb)	Gefunden (ppb)		Ausbeute* (%)		Ausbeute Mittelwert (%)
			A	B	A	B	
1 ohne Wirk- stoff- Zusatz	HCB	—	32	28	30		} vorhandene Konz. Mittelwerte
	α -HCH	—	49	43	46		
	β -HCH	—	9	7	8		
	γ -HCH	—	10	9	10		
	Aldrin	—	n. n.	n. n.	—		
	Dieldrin	—	11	11	11		
	Heptachlorepoxyd	—	8	8	8		
	p,p'-DDE	—	19	19	19		
	p,p'-DDT	—	n. n.	n. n.	—		
2	HCB	10	42	40	120	100	110
	α -HCH	10	59	56	130	100	115
	β -HCH	10	21	21	130	130	130
	γ -HCH	10	22	21	120	110	115
	Aldrin	20	23	21	115	105	110
	Heptachlorepoxyd	20	30	30	110	110	110
	p,p'-DDT	50	53	49	106	98	102
3	HCB	20	51	50	105	100	102
	α -HCH	20	65	64	95	90	92
	β -HCH	20	31	25	115	85	100
	γ -HCH	20	32	31	110	105	108
	Aldrin	50	52	50	104	100	102
	Heptachlorepoxyd	50	57	55	98	94	96
	p,p'-DDT	100	98	98	98	98	98
4	HCB	50	75	72	90	84	87
	α -HCH	50	88	84	84	76	80
	β -HCH	50	56	49	96	82	89
	γ -HCH	50	59	56	98	92	95
	Aldrin	100	97	93	97	93	95
	Dieldrin	100	117	111	106	100	103
	Heptachlorepoxyd	100	108	109	100	101	100
	p,p'-DDE	100	117	112	98	93	96
	p,p'-DDT	200	199	203	100	102	101
	HCB	100	120	116	90	86	88
	α -HCH	100	136	130	90	84	87
	β -HCH	100	101	102	93	94	94
	γ -HCH	100	103	102	93	92	92

Versuch Nr.	Wirkstoff	Zugesetzte Wirkstoff- menge (ppb)	Gefunden (ppb)		Ausbeute* (%)		Ausbeute Mittelwert (%)
			A	B	A	B	
5	Aldrin	200	185	179	92	90	91
	Dieldrin	200	197	234	93	112	102
	Heptachlorepoxyd	200	202	213	97	102	100
	p,p'-DDE	200	214	200	98	90	94
	p,p'-DDT	500	488	484	98	97	98
	HCB	200	216	213	93	92	92
	α -HCH	200	236	231	95	92	94
	β -HCH	200	205	202	98	97	98
	γ -HCH	200	181	196	86	93	90
	6	Aldrin	500	460	470	92	94
Dieldrin		500	498	514	97	101	99
Heptachlorepoxyd		500	511	516	101	102	102
p,p'-DDE		500	496	474	95	91	93
p,p'-DDT		1000	1006	995	101	100	100

* Für die Berechnung der Ausbeute wurde die im Butterfett bereits vorhandene Konzentration von der gefundenen Konzentration subtrahiert.

Zusammenfassung

Die Anwendung des Sweep Co-Destillier-Verfahrens für routinemäßige Bestimmung der Organochlorpestizidrückstände in fetthaltigen Lebensmitteln ist beschrieben.

Zu diesem Zwecke ist eine käufliche Apparatur modifiziert und mit einer einfachen Vorrichtung ausgerüstet worden, die das Lösungsmittel selbsttätig in den Gasstrom zumischt. Die gute Leistungsfähigkeit der Methode wurde durch hohe Ausbeuten für 10 wichtige Organochlorpestizide in verschiedenen Substraten experimentell bestätigt.

Résumé

On décrit l'utilisation du procédé sweep co-distillation pour la détermination de routine des résidus de pesticides organochlorés dans les aliments gras.

A cet effet on a modifié un appareil du commerce en l'équipant d'un simple dispositif permettant l'introduction automatique du solvant dans le gaz porteur.

L'efficacité de cette méthode a été confirmée expérimentalement par l'obtention de hauts rendements pour 10 pesticides organochlorés importants dans des substrats différents.

Summary

The application of the sweep co-distillation method for the routine determination of chlorinated pesticide residues in fatty foods is described.

Tabelle 6 Vergleichsuntersuchung von fetthaltigen Proben mittels SCD- und AOAC-Methode*

Probe Nr.	Methode	Konzentration (ppb) auf Fettbasis								
		HCB	α -HCH	β -HCH	γ -HCH	Heptachlor- epoxid	Dieldrin	p,p'-DDE	p,p'-TDE	p,p'-DDT
1	SCD	30	18	170	82	—	91	99	124	384
	AOAC	20	22	176	82	—	92	94	114	394
2	SCD	52	581	662	67	265	124	64	33	65
	AOAC	34	639	552	68	300	152	70	35	65
3	SCD	136	280	161	52	114	73	92	33	56
	AOAC	104	318	179	60	119	85	87	39	46
4	SCD	284	38	22	13	22	22	31	17	20
	AOAC	231	45	17	17	14	25	39	18	20
5	SCD	229	40	33	13	32	25	38	14	23
	AOAC	162	48	16	15	23	26	38	16	23
6	SCD	112	62	71	22	44	31	62	20	31
	AOAC	76	71	78	34	50	38	62	22	24
7	SCD	135	230	190	33	75	87	105	110	10
	AOAC	100	230	200	36	75	95	88	110	10
8	SCD	115	225	245	35	95	130	75	155	10
	AOAC	75	220	210	30	100	95	70	100	10
9	SCD	65	95	60	35	45	40	20	< 10	< 10
	AOAC	45	85	45	30	45	48	< 10	< 10	< 10
10	SCD	35	85	< 5	10	35	40	120	80	< 10
	AOAC	30	80	< 5	13	40	45	100	100	< 10

* Bem.: Uebrige Proben: Käse; Substrat Nr. 1: Oel.

For this purpose a commercial apparatus has been modified and equipped with a simple device for the automatic admixtion of the solvent into the gas stream.

The good efficiency of the method was experimentally confirmed by high recoveries obtained for 10 important chlorinated pesticides in different fatty substrates.

Literatur

1. *Storherr, R. W. and Watts, R. R.*: A sweep co-distillation cleanup method for organophosphate pesticides. I. Recoveries from fortified crops. *J. Assoc. Offic. Agr. Chemists* **48**, 1154—1158 (1965).
2. *Watts, R. R. and Storherr, R. W.*: II. Rapid extraction method for crops. *J. Assoc. Offic. Agr. Chemists* **48**, 1158—1160 (1965).
3. *Watts, R. R. and Storherr, R. W.*: Sweep co-distillation cleanup of milk for determination of organophosphate and chlorinated hydrocarbon pesticides. *J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists* **50**, 581—585 (1967).
4. *Storherr, R. W., Murray, E. J., Klein, I. and Rosenberg, L. A.*: Sweep co-distillation cleanup of fortified edible oils for determination of organophosphate and chlorinated hydrocarbon pesticides. *J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists* **50**, 605—615 (1967).
5. *Malon, B. and Burke, J. A.*: Collaborative study of the sweep co-distillation cleanup for chlorinated pesticide residues in edible fats and oils. *J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists* **52**, 790—797 (1969).
6. *Malone, B.*: Analysis of grains for multiple residues of organic fumigants. *J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists* **52**, 800—805 (1969).
7. *Gutenmann, W. H. and Lisk, D. J.*: Estimation of residues of uracil herbicides by gas chromatography after evaporative co-distillation. *J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists* **51**, 688—690 (1968).
8. *Pflugmacher, J. und Ebing, W.*: Reinigung Pestizidrückstände enthaltender Rohextrakte mit einer automatisch arbeitenden Apparatur nach dem Prinzip der kombinierten Spül- und Co-Destillation (Sweep Co-Distillation). *Z. Anal. Chem.* **263**, 120—127 (1973).

L. Gay
Chem. Laboratorium der Stadt Zürich
Pestizid-Abteilung
Ausstellungsstraße 90
CH - 8031 Zürich

M. Cerny
Migros-Genossenschafts-Bund
Zentral-Laboratorium
Postfach 266
CH - 8005 Zürich