

# Methoden zur Bestimmung von Phytopharmaka in Tabak und Tabakerzeugnissen

## I. Mitteilung: Zur Simultanbestimmung von wasserlöslichen Organophosphor-Pflanzenschutzmitteln\*

von A. N. Sagredos und W. R. Eckert

NATEC · Gesellschaft für naturwissenschaftlich-technische Dienste mbH, Hamburg

### 1. EINLEITUNG

Die deutsche „Höchstmengenverordnung Pflanzenschutz, pflanzliche Lebensmittel“ vom 5. 6. 1973 schreibt Toleranzgrenzen für ca. 175 Pflanzenschutzmittel vor. Gruppenanalysenmethoden für Phytopharmaka-Rückstände in Lebensmitteln sind deshalb von großer Bedeutung, weil sie eine rationelle, zeitsparende Qualitätskontrolle sowie einen wirkungsvolleren Verbraucherschutz erlauben; es hat in dieser Richtung an Vorschlägen und ausgezeichneten Arbeiten nicht gefehlt (1–8).

Eine für die Betriebskontrolle gut geeignete Methode zur Simultanbestimmung von Organochlor- und Organophosphor-Pestiziden sowie Carbamaten in Tabak ist von *Nesemann* und *Seehofer* kürzlich publiziert worden (9).

Wünschenswert sind neben solchen Simultanmethoden auch Analyseverfahren, die Pestizidrückstände gemäß ihrer Struktur in Gruppen erfassen. Für Tabak sowie andere Pflanzen und pflanzliche Lebensmittel sind verschiedene gut arbeitende Bestimmungsmethoden – z. B. für Organochlor-Pestizide – vorhanden (10–13). Für Organophosphor-Pflanzenschutzmittel, die ca. ein Drittel der für pflanzliche Lebensmittel zugelassenen Biozide ausmachen, gibt es genügend Simultanverfahren zu deren Bestimmung in Obst und Gemüse (14–16); für Tabak gibt es dagegen außer der Methode von *Nesemann* und *Seehofer* (9) keine Simultanmethode. Für diesen Zweck erschien uns eine von *Sissons* und *Telling* (17, 18) für Gemüse vorgeschlagene Methode als geeignet. Nach diesem Verfahren trennt man zuerst die Organophosphor-Verbindungen entsprechend ihrer Löslichkeit in Wasser oder Hexan und bestimmt die wasser- bzw. hexanlöslichen Pestizide dann simultan.

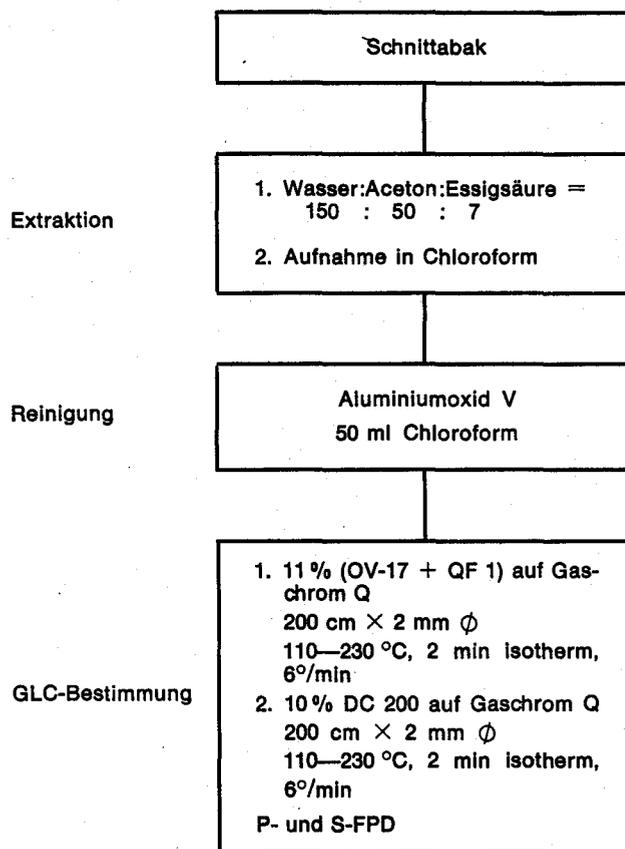
Im folgenden berichten wir über die Bestimmung von einigen für den Tabakanbau verwendeten oder in Frage kommenden wasserlöslichen Organophosphor-Verbindungen (s. Tab. 1).

### 2. PRINZIP

Nach Extraktion des Tabaks mit Wasser/Aceton/Essigsäure wird die Organophosphor-Verbindung in Chloroform aufgenommen, über eine Aluminiumoxid-Säule gereinigt und anschließend gaschromatographisch mit spezifischem Phosphor- oder Schwefel-Detektor nachgewiesen.

In Abb. 1 wird der Analysenvorgang kurz dargestellt.

Abbildung 1. Prinzip der Bestimmung von wasserlöslichen Organophosphor-Pflanzenschutzmitteln.



\* Eingegangen am 28. November 1975.

Diese Arbeit wurde im Auftrage des Verbandes der Cigarettenindustrie, Hamburg, durchgeführt.

**Tabelle 1. Übersicht über einige für den Tabakanbau in Frage kommende wasserlösliche Organophosphor-Pflanzenschutzmittel.**

Handelsname (common name)	Chemische Bezeichnung	Strukturformel
<b>Cyolane</b> (Phosfolan)	0,0-Diäthyl-N-(1,3-dithiolan-2-yliden)-phosphorsäureamid	
<b>Dicrotophos</b> (Bidrin, Carbicron, Ektafos)	0,0-Dimethyl-0-(2-dimethyl-carbamoyl-1-methylvinyl)phosphat	
<b>Dimethoat</b> (Perfekthion, Bopardoil)	0,0-Dimethyl-S-(N-methyl-carbamoyl)-dithiophosphat	
<b>Estox</b> (Metasystox S, ESP)	0,0-Dimethyl-S-(2-äthylsulphinyl)-isopropylthiophosphat	
<b>Formothion</b> (Aflix, Anthio)	0,0-Dimethyl-S-(3-methyl-2,4-dioxo-3-azabutyl)-dithiophosphat	
<b>Methyl-demeton-S-methyl</b> (Tinox, Cymetox, Atlasetox)	0,0-Dimethyl-S-(methyl-mercapto-äthyl)-thiophosphorsäureester	
<b>Mevinphos</b> (Phosdriin, PD 5)	0-(2-Methoxycarbamoyl-1-methyl-vinyl)-0,0-dimethylphosphat	
<b>Monocrotophos</b> (Azodrin, Nuvacron)	0,0-Dimethyl-0-(2-methylcarbamoyl-1-methylvinyl)phosphat	
<b>Paraoxon-methyl</b>	0,0-Dimethyl-0-(p-nitrophenyl)-phosphorsäureester	
<b>Phosphamidon</b> (Dimecron)	0-(2-Chlor-3-diäthylamino-1-methyl-3-oxo-1-en-yl)-0,0-dimethyl-phosphat	
<b>Trichlorphon</b> (Dipterex, Tugon, Dylox)	0,0-Dimethyl-(2,2,2-trichlor-1-hydroxyäthyl)-phosphonat	
<b>Dichlorvos</b> (DDVP, Vapona, Nagos, Nuvan, Dedevap)	0,0-Dimethyl-0-(2,2-dichlor-vinyl)-phosphorsäureester	

### 3. DURCHFÜHRUNG DER METHODE

#### 3.1 Reagenzien

Chloroform	nanograde
Aceton	nanograde
Essigsäure	p. a.
Wasser	bidestilliert
Aluminiumoxid, W 200 sauer	Aktivitätsstufe V
Natriumsulfat	wasserfrei, granuliert
Glaswolle	
Stickstoff	nachgereinigt

#### 3.2 Testsubstanzen

Monocrotophos <sup>a</sup>	1 <sup>0</sup> /oige Lösung in Benzol; GLC-rein
Dicrotophos <sup>a</sup>	1 <sup>0</sup> /oige Lösung in Benzol; GLC-rein
Mevinphos <sup>a</sup>	1 <sup>0</sup> /oige Lösung in Benzol; GLC-rein
Trichlorphon <sup>a</sup>	1 <sup>0</sup> /oige Lösung in Benzol; GLC-rein
Dichlorvos <sup>b</sup>	GLC-rein
Dimethoat <sup>b</sup>	GLC-rein
Phosphamidon <sup>b</sup>	GLC-rein
Methyl-demeton- S-methyl <sup>b</sup>	GLC-rein
Paraoxon-methyl	hergestellt aus Parathion- methyl durch Oxydation mit Peressigsäure; GLC-rein
Cyolane <sup>c</sup>	technisch
Estox <sup>d</sup>	ca. 96 <sup>0</sup> /oig (GLC)
Schnitttabak <sup>e</sup>	Blendmischung

#### Testlösungen:

- Die 1<sup>0</sup>/oige Lösung von Monocrotophos, Dicrotophos, Mevinphos bzw. Trichlorphon wird mit Benzol auf eine Konzentration von 2 ng/μl verdünnt.
- Paraoxon-methyl, Dimethoat, Phosphamidon und Methyl-demeton-S-methyl werden als Chloroformlösung in einer Konzentration von 2–6 ng/μl verwendet.
- Cyolane und Estox werden als Chloroformlösung von ca. 20 ng/μl verwendet.
- Testmischung aus Mevinphos (2,83 ng/μl), Dimethoat (2,86 ng/μl), Monocrotophos (2,85 ng/μl), For-

mothion (7,79 ng/μl) und Phosphamidon (2,28 ng/μl) in Chloroform.

5. Testmischung aus Dichlorvos (12 ng/μl), Trichlorphon (31 ng/μl), Mevinphos (13 ng/μl), Dimethoat (7 ng/μl), Monocrotophos (13 ng/μl), Formothion (13 ng/μl) und Phosphamidon (13 ng/μl).

6. Testmischung aus Dichlorvos (6 ng/μl), Mevinphos (6 ng/μl), Methyl-demeton-S-methyl (7 ng/μl), Dimethoat (7 ng/μl), Dicrotophos (13 ng/μl), Monocrotophos (13 ng/μl), Paraoxon-methyl (6 ng/μl), Formothion (6 ng/μl), Phosphamidon (6 ng/μl) und Cyolane (12 ng/μl) in Chloroform.

7. Testmischung wie unter 6. plus Estox (20 ng/μl) und Vamidothion (13 ng/μl) in Chloroform.

#### 3.3 Geräte

- Zentrifuge (Typ UJ 3)
- Ultra-Turrax (Typ 45)
- Rotationsverdampfer
- Meßkolben (graduiert)
- Aluminiumoxid-Säule (20 cm Länge × 1 cm Durchmesser; gefüllt mit 8,5 g Aluminiumoxid V in Chloroform eingerieselt; 1 cm Natriumsulfat [obere Schicht]).
- Gaschromatographen:
  - Hewlett-Packard Gaschromatograph, Modell 5750\*, ausgerüstet mit einem Flammenphotometer-Detektor (FPD) der Fa. Tracor (spezifisch für Phosphor und Schwefel); 1 mV Schreiber.
  - Varian-Aerograph, Modell 1700\*, ausgerüstet mit einem P- und S-FPD der Fa. Techmation.
- GLC-Säulen:
  - Glassäule von 200 cm Länge × 2 mm Durchmesser; gefüllt mit 11<sup>0</sup>/o (OV-17 + QF 1) auf Gaschrom Q, 80–100 mesh.
  - Glassäule von 150 cm Länge × 2 mm Durchmesser; gefüllt mit 3<sup>0</sup>/o SE-30 auf Chromosorb G-AW-DMCS, 80–100 mesh.
  - Glassäule von 200 cm Länge × 2 mm Durchmesser; gefüllt mit 10<sup>0</sup>/o DC 200 auf Gaschrom Q, 80–100 mesh.

#### 3.4 Extraktion

- 10 g Schnitttabak in ein 800-ml-Becherglas einwiegen.
- 150 ml bidest. Wasser, 50 ml Aceton und 7 ml 10<sup>0</sup>/oige Essigsäure zusetzen.
- Mittels Ultra-Turrax 5 min bei 4000–6000 U/min homogenisieren und extrahieren.

a: Polyscience Corporation  
b: Ehrenstorfer  
c: Cyanamid International

d: Bayer AG  
e: Verband der Cigarettenindustrie

\* Beide Modelle sind inzwischen bei NATEC durch das Hewlett-Packard-Modell 5715 — ausgerüstet mit einem FPD — ersetzt worden.

4. Extrakt über Glaswolle direkt in Zentrifugenglas filtrieren.

5. Filtrat zentrifugieren.

6. Von überstehender klarer Lösung eine aliquote Menge von 100 ml (5 g Tabak entsprechend) abnehmen und in einen 500-ml-Schütteltrichter überführen.

7. Zweimal mit je 50 ml, einmal mit 200 ml und einmal mit 100 ml Chloroform ausschütteln.

8. Chloroform-Extrakte in einem Rundkolben vereinigen und am Rotationsverdampfer bei 40 °C im Wasserstrahlvakuum bis auf ca. 2 ml einengen.

Bemerkung: Formothion wird nicht weiter gereinigt, sondern direkt – wie unter 3.6 beschrieben – gaschromatographisch bestimmt. Bei der Bestimmung von Cyolane und Estox wird die doppelte Menge Tabak verwendet.

### 3.5 Reinigung über Aluminiumoxid-Säule

1. Eingeengten Chloroform-Extrakt von 3.4.8 mit einer Fortuna-Pipette auf die Aluminiumoxid-Säulen bringen und einziehen lassen.

2. Rundkolben zweimal mit je 2 ml Chloroform nachspülen, Chloroform auf die Säule bringen und einziehen lassen.

3. Mit 50 ml Chloroform eluieren.

4. Eluat in einem 100-ml-Rundkolben auffangen.

5. Eluat am Rotationsverdampfer bei 40 °C im Wasserstrahlvakuum bis auf 1–2 ml einengen.

6. Eingeengtes Eluat mit einer 2-ml-Fortuna-Pipette in eine 5-ml-Vorlage (graduiert) überführen. Kolben zweimal mit je 1–2 ml Chloroform nachspülen.

7. Chloroformlösung durch Überleiten von Stickstoff bei 30 °C auf genau 2 ml einengen.

8. Probe gaschromatographisch untersuchen.

### 3.6 Gaschromatographie

1. *GLC-Bedingungen:* Bei der Ermittlung der Wiederauffindungsraten wurde die „mixed-phase“-Säule mit 11 % (OV-17 + QF 1) (Säule wie 3,3,7a) eingesetzt. Für die Simultanbestimmung muß wegen des Auftretens kritischer Paare zusätzlich die SE-30- bzw. die DC 200-Säule (Säulen wie 3,3,7b bzw. 7c) eingesetzt werden.

2. *Auswertung:* Die Auswertung erfolgt über die Peakhöhe im Vergleich mit Testlösungen definierter Konzentration nach der Gleichung:

$$\text{ng des zu bestimmenden Pestizids (aliquoter Teil)} = \frac{\text{Peakhöhe der Probe} \cdot \text{ng Testlösung}}{\text{Peakhöhe der Testlösung}}$$

Obwohl die Anzeige des FPD für enge Bereiche als linear betrachtet werden kann, werden reproduzierbare Ergebnisse nur bei annähernd gleicher Peakhöhe in Probe und Vergleichslösung erzielt.

## 4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die in Tab. 1 aufgeführten wasserlöslichen Organophosphor-Pestizide wurden einzeln dem Schnitttabak zugefügt, wie unter 3.4 und 3.5 beschrieben extrahiert und gereinigt. Anschließend wurden die Wiederauffindung bestimmt und die Nachweisgrenzen gaschromatographisch ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tab. 2 zusammengestellt.

Beim Zusatz von 0,5 ppm Wirkstoff zu Kontroll-Tabak wurde die beste Wiederauffindung von 92 bis 112% mit Monocrotophos, Dichlorvos, Dicrotophos, Dimethoat, Mevinphos, Phosphamidon und Trichlorphon erzielt. Als zufriedenstellend können auch die Wiederauffindungsraten von Paraoxon-methyl (76%) und Methyl-demeton-S-methyl (80%) betrachtet werden. Die Nachweisgrenzen obiger Verbindungen liegen zwischen 0,01 und 0,1 ppm (s. Tab. 2). Diese Resultate sind mit denen von *Sissons* und *Telling* bei der Bestimmung von Organophosphor-Pestiziden in Gemüse vergleichbar (18).

Formothion, wie unter 3.4 erwähnt, geht bei der Reinigungsstufe über die Aluminiumoxid-Säule verloren (Wiederauffindung: 58%) und muß deshalb nach Extraktion und Aufnahme in Chloroform direkt ohne weitere Reinigung gaschromatographisch analysiert werden. Die Wiederauffindung von Formothion bei Zusatz von 0,5 ppm kann mit 80 bis 89% als sehr gut be-

Tabelle 2. Wiederauffindung und Nachweisgrenzen bei Zusatz von 0,1, 0,5, 1,0 bzw. 3,0 ppm Wirkstoff zu Kontroll-Tabak.

Phytopharmaka	Wiederauffindung in %					Nachweisgrenze (in ppm)
	nach der Reinigung über Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Säule				nach der Extraktion 0,5 ppm	
	0,1 ppm	0,5 ppm	1,0 ppm	3,0 ppm		
Cyolane	–	–	–	47–57	–	1,0
Dichlorvos	–	93	–	–	–	0,01
Dicrotophos	121	104	–	–	–	0,04
Dimethoat	85	98	122	–	118	0,01
Estox	–	–	–	51	–	1,0
Formothion	–	58	–	–	80–89	0,01
Methyl-demeton-S-methyl	–	80	–	–	–	0,05
Mevinphos	120	106	–	–	97	0,01
Monocrotophos	120	107	–	–	86	0,01
Paraoxon-methyl	–	76	75	–	–	0,05
Phosphamidon	–	100	100	–	103	0,1
Trichlorphon	–	112	–	–	–	0,04
Vamidothion (19)	–	92	–	–	–	0,1

Abbildung 2. Gaschromatogramm des Kontroll-Tabaks ohne Zusatz von Wirkstoffen vor der Säulenreinigung.\*

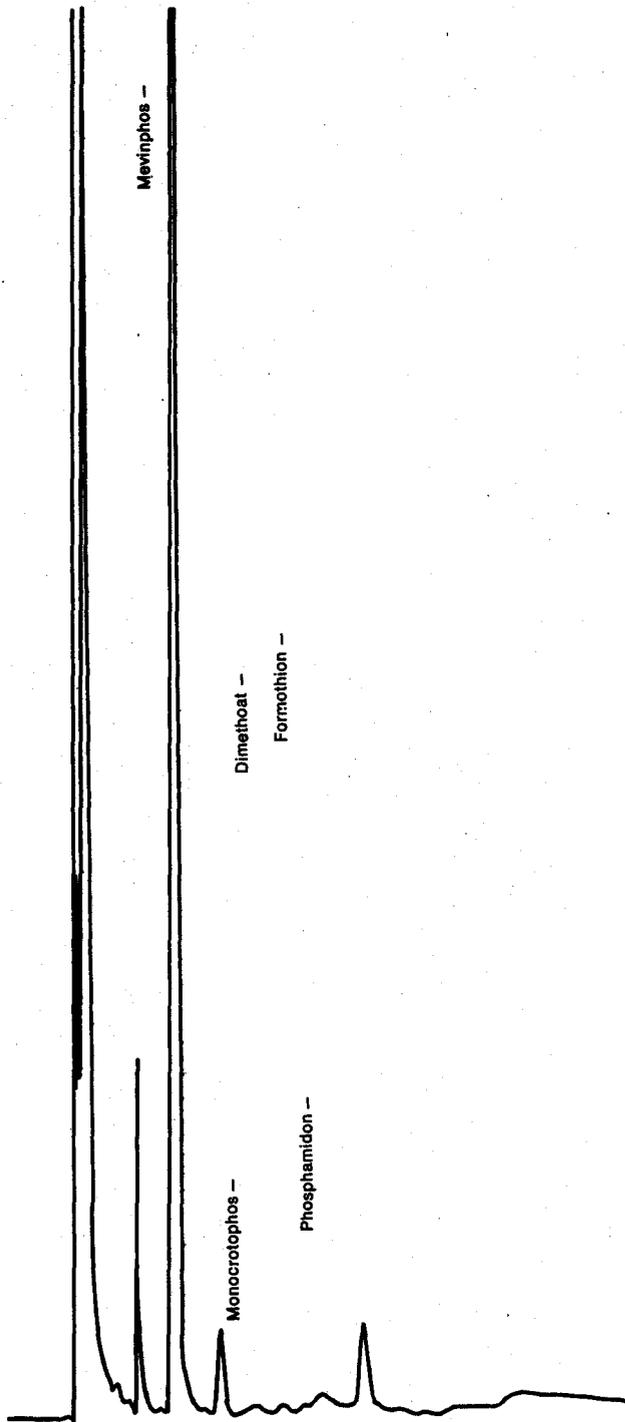
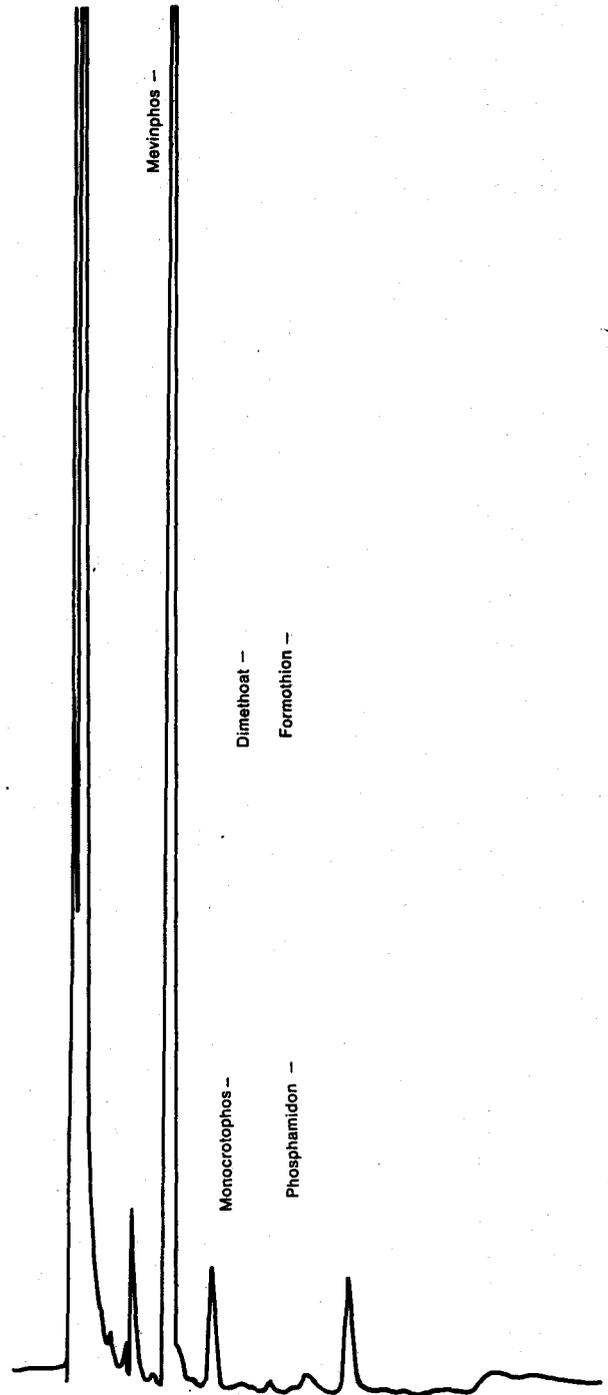


Abbildung 3. Gaschromatogramm des Kontroll-Tabaks ohne Zusatz von Wirkstoffen nach der Reinigung über Aluminiumoxid-Säule.\*



\* Gaschromatographische Bedingungen: Säule 10% DC 200; Säulentemperatur 160–220 °C, 8°/min; Injektortemperatur 200 °C; Detektortemperatur 200 °C; Länge 240 cm; Durchmesser 2 mm; Gasmengenstrom ca. 100 ml/min; H<sub>2</sub>/Luft/O<sub>2</sub>: 80/50/10 ml/min; Detektortyp P-FPD.

Abbildung 4. Gaschromatogramm des Kontroll-Tabaks mit Zusatz der Testmischung nach 3.2.4 vor der Säulenreinigung.\*

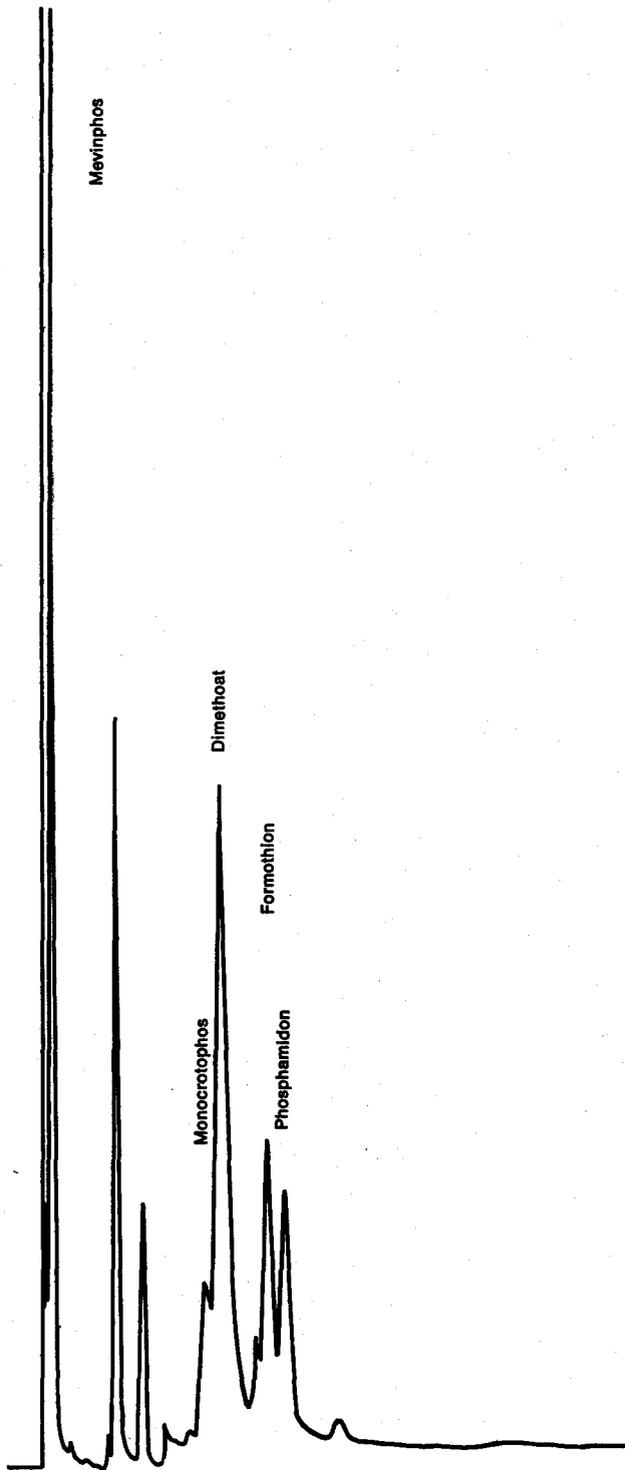
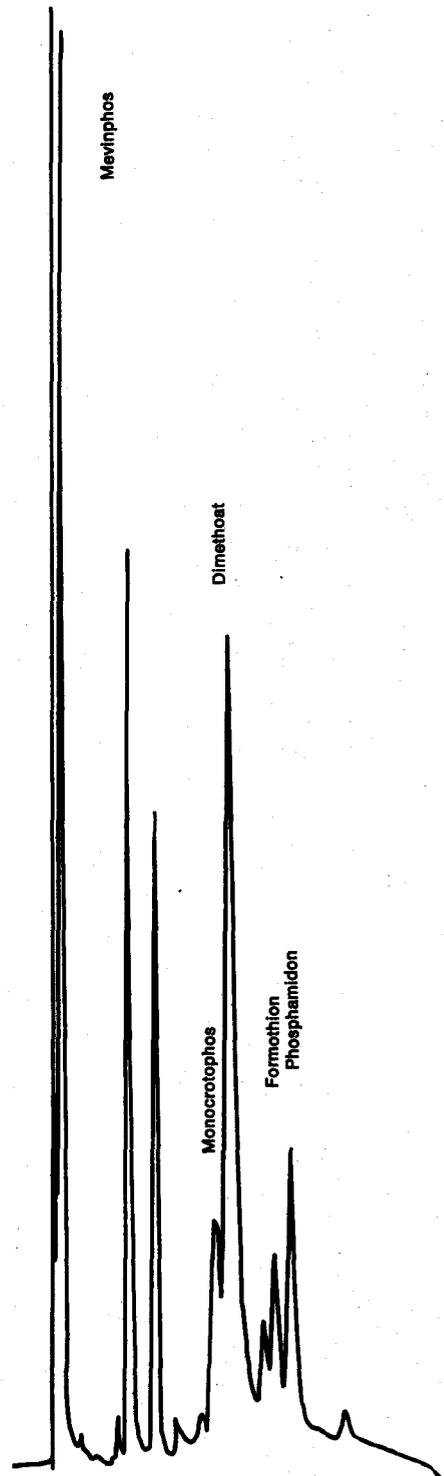


Abbildung 5. Gaschromatogramm des Kontroll-Tabaks mit Zusatz der Testmischung nach 3.2.4 nach der Reinigung über Aluminiumoxid-Säule.\*

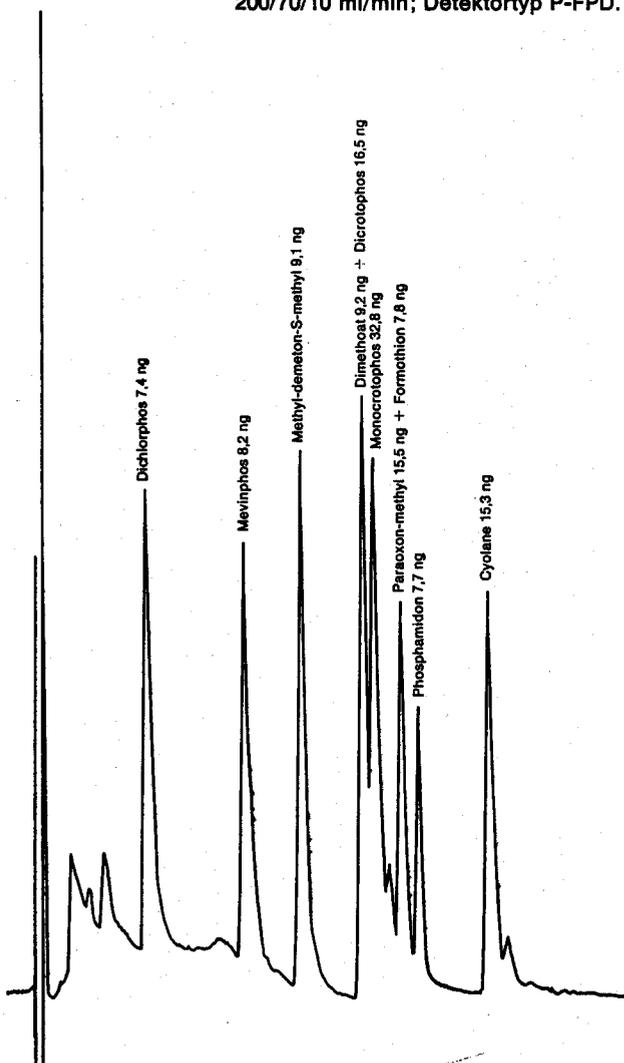


\* Gaschromatographische Bedingungen: Säule 10% DC 200; Säulentemperatur 160–220 °C, 8°/min; Injektortemperatur 200 °C; Detektortemperatur 200 °C; Länge 240 cm; Durchmesser 2 mm; Gasmengenstrom ca. 100 ml/min; Hz/Luft/O<sub>2</sub>: 80/50/10 ml/min; Detektortyp P-PPD.

zeichnet werden. Diese schnelle Bestimmung ohne Säulenreinigung kann auch bei anderen Organophosphor-Pestiziden angewandt werden, vorausgesetzt, daß die Phytopharmaka empfindlich mit dem P- oder S-Detektor angezeigt werden. So konnten z. B. nach dieser Methode Dimethoat, Mevinphos, Monocrotophos und Phosphamidon zu 86 bis 118% wiedergefunden werden (s. Tab. 2). Zu beachten ist, daß die GLC-Säule durch die Inhaltsstoffe des Tabaks schnell inaktiviert wird. Cyolane und Estox werden von dem P- und S-Detektor relativ unempfindlich angezeigt (Nachweisgrenze = 1 ppm). Bei Zusatz von 3 ppm zu Kontroll-Tabak wurde nur ca. 50% wiedergefunden. Für diese beiden Verbindungen kann die vorliegende Methode nur als allgemeiner Vorversuch empfohlen werden.

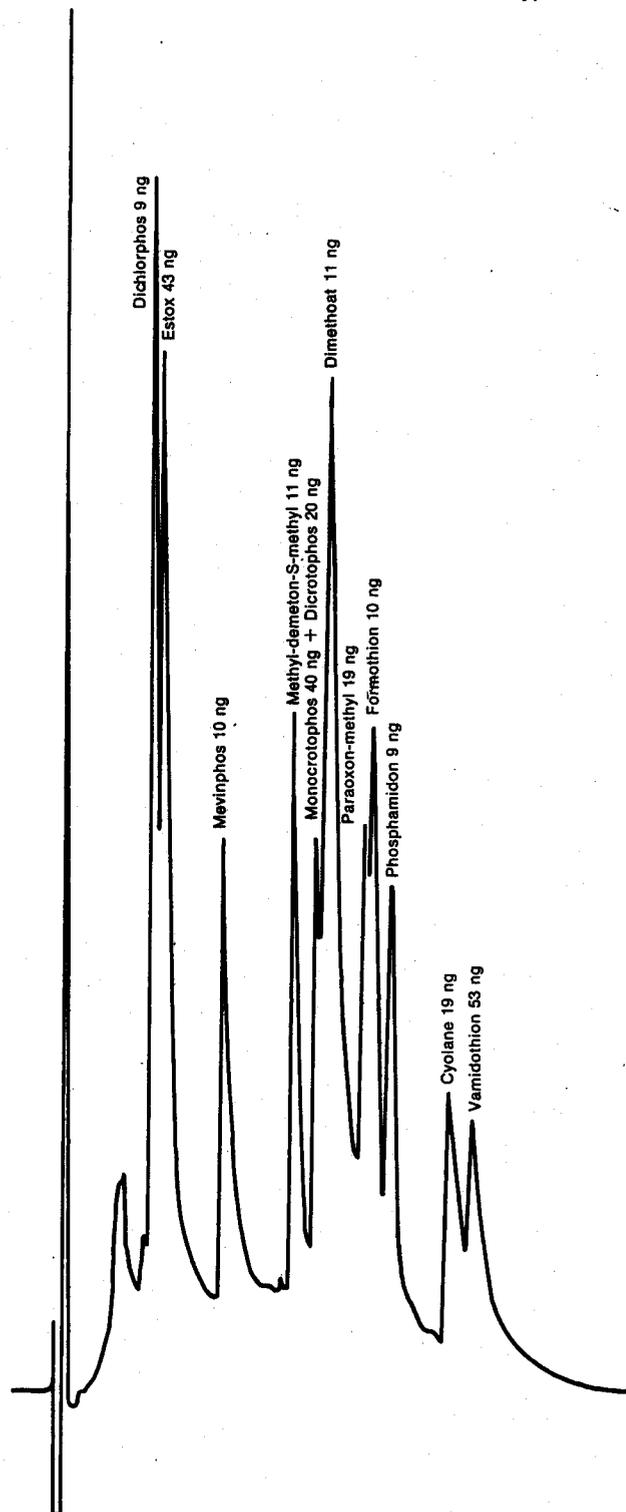
Die Abbildungen 2 bis 5 zeigen die Chromatogramme des Kontroll-Tabaks vor und nach Zusatz einer Testmischung von Dimethoat, Formothion, Mevinphos, Monocrotophos und Phosphamidon. Die Chromatogramme des chloroformischen Tabakextraktes vor und nach der

**Abbildung 6. Gaschromatogramm der Testmischung nach 3.2.6.** Säule 11% (OV-17+QF 1); Säulentemperatur 110 bis 230 °C, 2 min isotherm, 6°/min; Injektortemperatur 240 °C; Detektortemperatur 240 °C; Länge 200 cm; Durchmesser 2 mm; Gasmengenstrom 105 ml/min; H<sub>2</sub>/Luft/O<sub>2</sub>: 200/70/10 ml/min; Detektortyp P-FPD.



Reinigung über die Aluminiumoxid-Säule (Abb. 4 und 5) weisen neben den zugesetzten Organophosphor-Verbindungen mindestens vier andere Komponenten auf (vgl. Abb. 2 und 3), wobei der gute Verlauf der Chromatogramm-Grundlinie des Tabakextraktes vor der Säulen-

**Abbildung 7. Gaschromatogramm der Testmischung nach 3.2.7.** Säule 10% DC 200; Säulentemperatur 110–230 °C, 2 min isotherm, 6°/min; Injektortemperatur 300 °C; Detektortemperatur 240 °C; Länge 200 cm; Durchmesser 2 mm; Gasmengenstrom 105 ml/min; H<sub>2</sub>/Luft/O<sub>2</sub>: 200/70/10 ml/min; Detektortyp P-FPD.



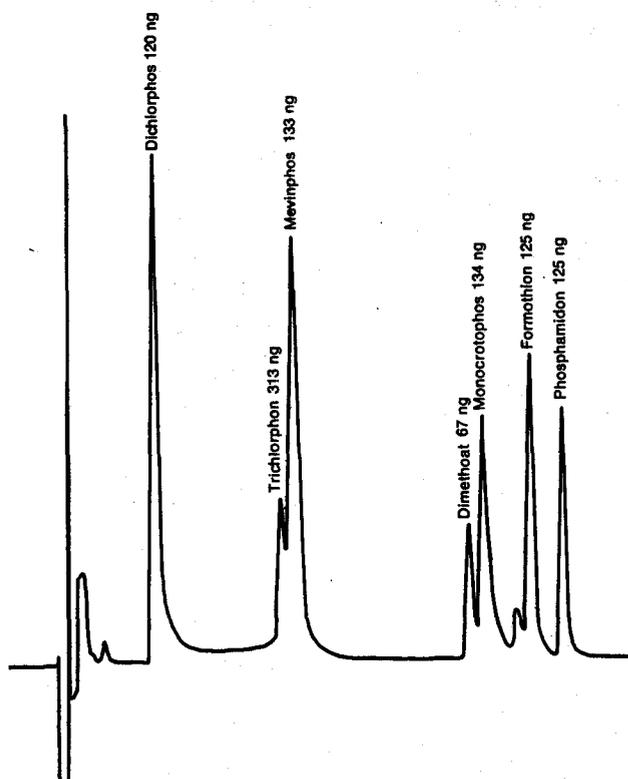
**Tabelle 3. Relative Retentionszeiten (Paraoxon-methyl = 1,00) von wasserlöslichen Organophosphor-Pflanzenschutzmitteln.**

Phytopharmaka	Säule:	
	11 % (OV-17 + QF 1) auf Gaschrom Q, 110—230°C, 2 min isotherm, 6°/min	10 % DC 200 auf Gaschrom Q, 110—230°C, 2 min isotherm, 6°/min
Dichlorvos	0,27	0,31
Trichlorphon	0,46	0,31
Estox	nicht bestimmt	0,33
Mevinphos	0,55	0,54
Methyl-demeton-S-methyl	0,70	0,76
Dimethoat	0,89	0,88
Dicrotophos	0,89	0,84
Monocrotophos	0,94	0,84
Paraoxon-methyl	1,00	1,00
Formothion	1,00	1,01
Phosphamidon	1,06	1,07
Cyolane	1,28	1,27
Vamidothion (19)	nicht bestimmt	1,35

reinigung (Abb. 2) bemerkenswert ist. Offensichtlich ist der Extraktionsschritt des Verfahrens — wie oben erwähnt — für die Bestimmung von wasserlöslichen Organophosphor-Pestiziden auch in Tabak ausreichend.

Es wurden weiterhin gaschromatographische Bedingungen zur Simultanbestimmung von 11 Verbindungen untersucht (Abb. 6—8). Eine Testmischung von Dichlorvos, Mevinphos, Methyl-demeton-S-methyl, Dimethoat, Di-

**Abbildung 8. Gaschromatogramm der Testmischung nach 3.2.5. (Gaschromatographische Bedingungen siehe Abb. 6.)**



crotophos, Monocrotophos, Paraoxon-methyl, Formothion, Phosphamidon und Cyolane (Abb. 6) sowie eine Testmischung von Dichlorvos, Trichlorphon, Mevinphos, Dimethoat, Monocrotophos, Formothion und Phosphamidon (Abb. 8) lassen sich auf einer mit 11 % (OV-17 + QF 1) gefüllten Säule unter den in Abb. 6 gezeigten GLC-Bedingungen in die einzelnen Komponenten trennen.

Auf dieser Säule treten jedoch kritische Paare auf (vgl. Tab. 3). Zur eindeutigen Identifizierung muß daher ein zweites Gaschromatogramm auf der DC 200-Säule aufgenommen werden (Abb. 7). Hiermit lassen sich unter den angegebenen GLC-Bedingungen alle wasserlöslichen Organophosphorester nachweisen.

## ZUSAMMENFASSUNG

Das Verfahren von *Sissons* und *Telling* (18) zur Simultanbestimmung von wasserlöslichen Organophosphor-Pestiziden in Gemüse ist auf Tabak mit Erfolg übertragen worden.

Nach dieser Methode können Monocrotophos, Dicrotophos, Dimethoat, Formothion, Methyl-demeton-S-methyl, Mevinphos, Paraoxon-methyl, Phosphamidon, Trichlorphon und Vamidothion (19) schnell und mit guter Wiederauffindung quantitativ analysiert werden.

## SUMMARY

*Sissons* and *Telling's* (18) method for the simultaneous determination of water-soluble organophosphoric pesticides in vegetables has been successfully applied to tobacco.

With this method monocrotophos, dicrotophos, dimethoate, formothion, methyl demeton-S-methyl, mevinphos, paraoxon-methyl, phosphamidon and trichlorphon can be quantitatively analysed speedily and with good recoveries.

## RESUME

Le procédé de *Sissons* et *Telling* (18) permettant la détermination simultanée de pesticides organophosphoriques solubles dans l'eau dans le cas des légumes, a été transposée avec succès sur le tabac.

Grâce à cette méthode, il est possible d'analyser rapidement quantitativement, et avec une bonne récupération, des composés tels que le monocrotophos, le dicrotophos, le diméthoate, le formothion, le méthyl-déméton-S-méthyle, le mevinphos, le paraoxone de méthyle, le phosphamidon et le trichlorphon.

## LITERATUR

1. Samuel, B. L.: J. A. O. A. C. 49 (1966) 346.
2. McLeod, H. A., C. Mendora, P. Wales und W. P. McKinley: J. A. O. A. C. 50 (1967) 1216.

3. Zwetkowa, M.: Lebensmittel-Untersuch. und Forsch. 114 (1970) 168.
4. Leoni, V.: J. Chromatogr. 62 (1971) 63.
5. Arbeitsgruppe „Pestizide“ der GDCh: Zur Rückstandsanalytik der Pestizide in Lebensmitteln; Lebensmittel- und Gerichtliche Chemie 25 (1971) 129.
6. Thier, H.-P.: Deutsche Lebensmittel-Rundschau 68 (1972) 345.
7. Seehofer, F., und E. Nesemann: Z. Anal. Chem. 261 (1972) 359.
8. Becker, G.: Deutsche Lebensmittel-Rundschau 67 (1971) 125.
9. Nesemann, E., und F. Seehofer: Beitr. Tabakforsch. 7 (1974) 251.
10. Nesemann, E., R. Schröder und F. Seehofer: Beitr. Tabakforsch. 4 (1968) 182.
11. Levi, I., P. B. Mazur und T. W. Nowicki: J. A. O. A. C. 55 (1972) 794.
12. Burke, J. A.: J. A. O. A. C. 53 (1970) 355.
13. Pesticide Analytical Manual, Vol. 1: Foods and Feeds, Section 211.
14. Storherr, R. W., P. Ott und R. R. Watts: J. A. O. A. C. 54 (1971) 513.
15. Krause, C., und J. Kirchoff: Deutsche Lebensmittel-Rundschau 66 (1970) 194.
16. Nelson, R. C.: J. A. O. A. C. 49 (1966) 763.
17. Sissons, D. J., und G. M. Telling: J. Chromatogr. 47 (1970) 328.
18. Sissons, D. J., und G. M. Telling: J. Chromatogr. 48 (1970) 468.
19. Sagredos, A. N., und R. Moser: Beitr. Tabakforsch. im Druck.

*Anschrift der Verfasser:*

NATEC/Gesellschaft für naturwissenschaftlich technische Dienste mbH, Behringstr. 154, 2000 Hamburg 50.