

**Mitteilungen aus der Biologischen Bundesanstalt  
für Land- und Forstwirtschaft  
Berlin-Dahlem**



**Analytik von Pflanzenschutzmitteln  
im Boden**

Kurzfassungen von Methoden

**Analysis of pesticides in soil**

Abstracts of methods

Bearbeitet von

**Dr. Wolfgang Rödel**

**Ralf Fischer**

**Dr. Ralf Hänel**

**Dr. Johannes Siebers**

Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft,  
Braunschweig,  
Fachgruppe Chemische Mittelprüfung

Heft 364

Berlin 1999

Parey Buchverlag Berlin  
Kurfürstendamm 57, D-10707 Berlin

### **Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft (BBA)**

Präsident: Professor Dr. Fred Klingauf, Messeweg 11/12, D-38104 Braunschweig

Die Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft (BBA), deren Entstehung auf die 1898 gegründete Biologische Abteilung am Kaiserlichen Gesundheitsamt in Berlin zurückgeht, ist eine selbständige Bundesoberbehörde und Bundesforschungsanstalt im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten. Ihre Aufgaben sind im Pflanzenschutz-, Gentechnik- und Bundesseuchengesetz festgelegt und umfassen u. a.:

- Forschungen auf dem Gesamtgebiet des Pflanzen- und Vorratsschutzes,
- Prüfung und Zulassung von Pflanzenschutzmitteln,
- Eintragung und Prüfung von Pflanzenschutzgeräten,
- Mitwirkung bei der Genehmigung zur Freisetzung und dem Inverkehrbringen gentechnisch veränderter Organismen einschließlich Forschung zur biologischen Sicherheit,
- Beteiligung bei der Bewertung von Umweltchemikalien nach dem Chemikalienrecht.

Die Forschungsarbeiten der BBA schaffen Grundlagen für Entscheidungshilfen zur Ernährungs-, Land- und Forstwirtschaftspolitik sowie zur Verbraucherpolitik. Über 900 Mitarbeiter, davon 300 Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftler, sind bei der BBA beschäftigt.

### **The Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry (BBA)**

President: Professor Dr. Fred Klingauf, Messeweg 11/12, D-38104 Braunschweig

The Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry (BBA), which originates from the Biological Division at the Empirical Health Office, founded in Berlin in 1898, is a federal authority in its own right and federal research centre in the jurisdiction of the Federal Ministry of Food, Agriculture and Forestry (BML). Its tasks are mainly defined by the Plant Protection Act as well as the Genetechnology Act and include among others:

- research in the whole field of plant protection and stored products protection,
- examination and authorization of plant protection products,
- registration and examination of plant protection equipment,
- participation in authorizing genetically modified organisms deliberately released and issued, including investigations on biosafety,
- cooperation in assessing chemicals of environmental relevance according to the Chemicals Act.

The research work of the BBA is providing decisional foundations not only in the political field of food, agriculture and forestry but also for consumer policy. There are more than 900 employees, including 300 scientists, who work at the BBA.

Anschrift für Tauschsendungen:

Please address exchanges to:

Adressez échanges, s'il vous plaît:

Para el canje dirigirse por favor a:

Bibliothek der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft

Königin-Luise-Straße 19, D-14195 Berlin (Dahlem)

Postanschrift: 14191 Berlin

Mitteilungen aus der Biologischen Bundesanstalt  
für Land- und Forstwirtschaft  
Berlin-Dahlem



**Analytik von Pflanzenschutzmitteln  
im Boden**

Kurzfassungen von Methoden

**Analysis of pesticides in soil**

Abstracts of methods

Bearbeitet von

**Dr. Wolfgang Rödel**

**Ralf Fischer**

**Dr. Ralf Hänel**

**Dr. Johannes Siebers**

Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft,  
,Braunschweig,  
Fachgruppe Chemische Mittelprüfung

Heft 364

Berlin 1999

*Herausgegeben von der  
Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft,  
Berlin-Dahlem*

Parey Buchverlag Berlin  
Kurfürstendamm 57, D-10707 Berlin

ISSN 0067-5849

ISBN 3-8263-3248-2

Die Deutsche Bibliothek – CIP-Einheitsaufnahme

**Analytik von Pflanzenschutzmitteln im Boden:**

Kurzfassungen von Methoden = Analysis of pesticides in soil / hrsg. von der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Berlin-Dahlem. Bearb. von Wolfgang Rödel... – Berlin: Parey, [in Komm.], 1999.

(Mitteilungen aus der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft Berlin-Dahlem; H. 364)

ISBN 3-8263-3248-2

© Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft

Das Werk ist urheberrechtlich geschützt. Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die der Übersetzung, des Nachdrucks, des Vortrages, der Entnahme von Abbildungen, der Funksendung, der Wiedergabe auf photomechanischem oder ähnlichem Wege und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben auch bei nur auszugsweiser Verwertung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung dieses Werkes oder von Teilen dieses Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes der Bundesrepublik Deutschland vom 9. September 1965 in der Fassung vom 24. Juni 1985 zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechtsgesetzes.

1999 Kommissionsverlag Parey Buchverlag Berlin, Kurfürstendamm 57, 10707 Berlin. Printed in Germany by Arno Brynda, Berlin.

## Inhaltsverzeichnis

|   |    |
|---|----|
| Inhaltsverzeichnis                                      |    |
| Contents .....  | 3  |
| Vorwort .....   | 4  |
| Preface .....   | 6  |
| Abkürzungen   |    |
| Abbreviations .....                                     | 8  |
| Anschriften zur Beschaffung von Methodenbeschreibungen  |    |
| Sources of supply for method descriptions .....         | 10 |
| Literatur   |    |
| References .....  | 13 |
| Methodenübersicht – Verzeichnis der Wirkstoffe          |    |
| Review of methods – Register of active substances ..... | 15 |
| Übersetzungen wichtiger Begriffe                        |    |
| Translations of important terms .....                   | 24 |
| Kurzfassungen der Methoden                              |    |
| Abstracts of methods .....                              | 26 |

## Vorwort

Nach § 1a Abs. 5 der Pflanzenschutzmittelverordnung in der Fassung der Bekanntmachung vom 17. August 1998 (BGBl I, 2156) ist die Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft (BBA) verpflichtet, den zuständigen Dienststellen der Wasserwirtschaftsverwaltung, der Umweltverwaltung und der Gesundheitsverwaltung sowie den Betreibern öffentlicher Wasserversorgungsanlagen Analysemethoden zur Bestimmung von Rückständen zugelassener Pflanzenschutzmittel zur Verfügung zu stellen.

Aus diesem Grund gibt die BBA Kurzfassungen von Rückstandsanalysemethoden heraus. Bereits erschienen sind Methodensammlungen zur Bestimmung von Rückständen in Wasser und Luft (*Mitt. Biol. Bundesanst. Land-Forstwirtschaft.*, Hefte 326 und 355). Die vorliegende Sammlung enthält Methoden zur Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln in Boden, die für Kontrollen nach der Zulassung, zur Überwachung von Auflagen und für Monitoringzwecke Verwendung finden können. In einer tabellarischen Übersicht werden zunächst alle Wirkstoffe zusammengestellt, für die in dieser Sammlung Methodenkurzfassungen enthalten sind. Außerdem werden Hinweise zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethoden bei der Bestimmung von Rückständen in Boden gegeben. Im Anschluß finden sich – in alphabetischer Reihenfolge der Wirkstoffe – die Methodenkurzfassungen einschließlich Validierungsdaten. Es wurden insbesondere Methoden ausgewählt, die im Rahmen des Zulassungsverfahrens für Pflanzenschutzmittel vorgelegt wurden und daher nicht als Veröffentlichungen zur Verfügung stehen.

Als Bestimmungsgrenze wird in dieser Methodensammlung gemäß der Richtlinie 96/46/EG der Kommission vom 16. Juli 1996 die geringste untersuchte Konzentration angesehen, bei der eine annehmbare mittlere Wiederfindungsrate erzielt wird (normalerweise 70 – 110 % mit einer relativen Standardabweichung von vorzugsweise  $\leq 20$  %). Da diese neuere Definition – wie auch andere Vorgaben der genannten Richtlinie – bei der Entwicklung vieler Methoden noch nicht berücksichtigt wurde, können die hier angegebenen Bestimmungsgrenzen von den Feststellungen der Autoren der Methoden abweichen. Da einige Methoden älteren Datums sind, enthalten sie in einzelnen Punkten Arbeitsweisen, die heute kaum noch angewandt werden, z. B. Gaschromatographie mit gepackten Säulen oder Verwendung von Chloroform oder Benzol. Des weiteren muß darauf hingewiesen werden, daß nicht alle Methoden in vollem Umfang den aktuellen Zulassungsanforderungen entsprechen. Diese Methoden sind trotzdem aufgeführt, da sie grundlegende Informationen zur Analytik liefern und Antwort auf die Frage geben können, ob die Bestimmung dieser Wirkstoffe in laborübliche Methoden integriert werden kann.

Zum 1. Februar 1999 waren 275 Wirkstoffe in zugelassenen Pflanzenschutzmitteln enthalten. In der vorliegenden Sammlung sind für 229 Wirkstoffe bzw. Metaboliten Bestimmungsmethoden zusammengestellt. Zahlreiche Wirkstoffe wie Pheromone, Baumwachse, Wildverbißmittel, Eisensulfat, Rapsöl, Kaliseife, Kohlendioxid und Lecithin werden für die Bodenüberwachung als nicht relevant angesehen.

Erfahrung im rückstandsanalytischen Arbeiten ist Voraussetzung für die erfolgreiche Anwendung der Methoden. Zur Beschaffung der vollständigen Beschreibungen der Analysemethoden wenden Sie sich bitte an die unter "Bezugsquelle" genannten Firmen (s. Anschriftenverzeichnis) bzw. an das genannte "Prüflabor". Treten Probleme bei der

Nacharbeitung der Methoden auf, wird empfohlen, mit den Autoren der Methoden bzw. der BBA Kontakt aufzunehmen. Wenn mit den hier zusammengestellten Methoden positive Befunde festgestellt werden, ist eine Absicherung durch eine unabhängige Methode oder durch ein spezifisches Detektionsverfahren notwendig.

Für neue Wirkstoffe, die ab 1996 in erstmals zugelassenen Pflanzenschutzmitteln enthalten sind, werden Informationen zu Analysenmethoden in der Artikelserie "Rückstandsanalytik neuer Wirkstoffe" im *Nachrichtenblatt des Deutschen Pflanzenschutzdienstes* veröffentlicht. Diese in loser Reihenfolge erscheinenden Mitteilungen bieten einen Überblick über die Bestimmung von Rückständen in Lebensmitteln, Boden, Wasser und Luft einschließlich relativer Retentionszeiten bei der gaschromatographischen Bestimmung und massenspektrometrischer Daten. Eine Übersicht der von der BBA bereits veröffentlichten Methodenkurzfassungen steht im Internet unter <http://www.bba.de/analytik/methoden.htm> bereit.

Informationen über Zulassung, Anwendungshinweise und Auflagen von Pflanzenschutzmitteln können den von der BBA herausgegebenen *Pflanzenschutzmittelverzeichnissen* (Saphir Verlag, Gutsstr. 15, D-38551 Ribbesbüttel, Tel. 05374/6576, Fax 05374/6577) entnommen werden. Unter <http://www.bba.de> sind diese Informationen auch im Internet zugänglich.

Die Autoren danken Frau Monika Schostag, Frau Elke Leibold und Frau Dagmar Burbiel für die wertvolle Unterstützung bei der Zusammenstellung der Daten.

## Preface

According to § 1 (5) of the Ordinance on Plant Protection Products (Version of 17<sup>th</sup> August 1998, BGBl I, p 2156) the Federal Biological Research Centre for Agriculture and Forestry (BBA) is obliged to provide the competent authorities for the administration of water management, environmental affairs, and public health as well as public water suppliers with methods of analysis for the determination of residues of authorized plant protection products.

For this reason the BBA publishes abstracts of residue analytical procedures. Previously issued compilations deal with methods for the determination of residues in water and soil (*Mitt. Biol. Bundesanst. Land-Forstwirtsch.*, Vol. 326 and 355). The present volume covers methods for the determination of pesticide residues in soil which can be used for post-registration control, enforcement of restrictions and monitoring purposes. In a tabular overview all active substances are summarized for which abstracts of methods are included in this collection. Moreover, information is given as to the applicability of standard multi-residue methods for the analysis of residues in soil. Subsequently, the abstracts of methods are presented in alphabetical order of the active substances. In the first place methods were chosen which have been supplied by applicants for plant protection product authorization and are consequently not available as publications.

In compliance with the European Commission Directive 96/46/EC of 16<sup>th</sup> July 1996 the limit of determination is regarded as the lowest concentration tested, at which an acceptable mean recovery is obtained (normally 70 – 110 % with a relative standard deviation of preferably  $\leq 20$  %). Since this new definition, as well as other provisions of the mentioned Directive, could not be taken into account when developing many of the methods, the limits of determination in the abstracts may differ from the statements made by the authors of the original methods. Some of the methods are rather old, involving procedures which are rarely used today, e. g. gas chromatography with packed columns and the use of chloroform or benzene. Moreover it has to be stressed, that not every method fully meets the current requirements for authorization. Notwithstanding, these methods are presented as they provide basic information on analysis, facilitating decision making on whether a certain active substance can be integrated in a laboratory-customized analytical method.

On 1<sup>st</sup> February 1999, 275 active substances were contained in authorized plant protection products. The present collection presents methods of determination for 229 of these active substances. Numerous active substances like pheromones, tree waxes, game gnawing products, ferrous sulphate, rape oil, carbon dioxide, potassium soap and lecithine are considered non-relevant for enforcement purposes with regard to soil.

Sufficient experience in residue analytical work is a prerequisite for a successful application of the methods. In order to obtain a complete method description please refer to either the company mentioned as source (cf. register of sources of supply) or those laboratories which have developed the method of analysis ("Prüflabor"). It is recommended to communicate with the authors or the BBA if problems related to the application of the methods should arise. It is indispensable to confirm the finding by an independent method or a specific detection technique if positive results are obtained.

For new active substances contained in plant protection products which have been authorized after 1<sup>st</sup> January 1996 for the first time, information on methods of analysis is given in the



series of articles "Residue analysis of active substances from new plant protection products", published in the *Nachrichtenblatt des Deutschen Pflanzenschutzdienstes*. These communications give a review of the determination of residues in food, soil, water and air, including relative retention times and mass spectrometric data for gas chromatographic determination. A survey of the abstracts of methods already published by the BBA is available under the following internet address: <http://www.bba.de/analytik/methoden.htm>.

The *Pflanzenschutzmittelverzeichnis* (register of authorized plant protection products) issued by the BBA supplies information on authorization, application and conditions concerning plant protection products (available from: Saphir Verlag, Gutsstr. 15, D-38551 Ribbesbüttel, Phone 05374/6576, Fax 05374/6577). This information is accessible under the following internet address: <http://www.bba.de>.

The authors acknowledge the valuable assistance of Mrs. Monika Schostag, Mrs. Elke Leibold and Mrs. Dagmar Burbiel in compiling the data.

## Abkürzungen

|                |  |   |
|----------------|--|---|
| AFID           | Alkali-Flammenionisationsdetektor  | alkali flame ionization detector  |
| BBA            | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft                    | Federal Biological Research Institute for Agriculture and Forestry          |
| BGBI           | Bundesgesetzblatt  | Federal Law Gazette   |
| CAS            |  | Chemical Abstracts Service  |
| CI             | Chemische Ionisierung  | chemical ionization   |
| DFG            | Deutsche Forschungsgemeinschaft  |   |
| ECD            | Elektroneneinfangdetektor  | electron capture detector   |
| EI             | Elektronenstoßionisation   | electron impact ionization  |
| ELCD           | elektrochemischer Detektor   | electrochemical detector  |
| FD             | Fluoreszenzdetektor  | fluorescence detector   |
| FID            | Flammenionisationsdetektor   | flame ionization detector   |
| FPD            | Flammenphotometrischer Detektor  | flame photometric detector  |
| GC             | Gaschromatographie   | gas chromatography  |
| HPLC           | Hochleistungsflüssigkeitschromatographie                                   | high-performance liquid chromatography                                      |
| HPTLC-AMD      | Hochleistungsdünnschichtchromatographie – Automatische Mehrfachentwicklung | high-performance thin layer chromatography – automated multiple development |
| IC             | Ionenchromatographie   | ion chromatography  |
| K <sub>p</sub> | Siedepunkt   | boiling point   |
| LUFA           | Landwirtschaftliche Forschungs- und Untersuchungsanstalt                   | Agricultural Research and Investigation Institute                           |
| m/z            | Masse/Ladungs-Verhältnis   | mass/charge ratio   |
| MS             | Massenspektroskopie, massenselektiver Detektor                             | mass spectroscopy, mass selective detector                                  |

|                |   |  |
|----------------|---|--|
| MTBE           | Methyl- <i>t</i> -butylether  |  |
| n              | Anzahl der Zusatzversuche   | number of fortification experiments  |
| PND            | Phosphor/Stickstoff-Detektor  | phosphorus/nitrogen detector   |
| s.             | siehe   | see  |
| SC             | Säulenchromatographie   | column chromatography  |
| SIM            |   | single ion monitoring  |
| SPE            | Festphasenextraktion  | solid phase extraction   |
| Speyer 2.1     | Standardboden der LUFA Speyer:<br>schwach humoser Sand                                | Standard soil of LUFA Speyer:<br>sand with low content of organic<br>matter        |
| Speyer 2.2     | Standardboden der LUFA Speyer:<br>stark humoser lehmiger Sand                         | Standard soil of LUFA Speyer:<br>loamy sand with high content of<br>organic matter |
| Speyer 2.3     | Standardboden der LUFA Speyer:<br>schwach humoser sandiger Lehm                       | Standard soil of LUFA Speyer:<br>sandy loam with low content of<br>organic matter  |
| S <sub>R</sub> | Vergleichsvariationskoeffizient   | reproducibility (coefficient of<br>variation)                                      |
| TID            | thermionischer Detektor   | thermionic detector  |
| UVD            | Ultraviolett-Detektor   | ultra-violet detector  |
| v              | Variationskoeffizient   | coefficient of variation   |
| VDLUFA         | Verband Deutscher Landwirt-<br>schaftlicher Untersuchungs- und<br>Forschungsanstalten | Association of German Agricultural<br>Research and Investigation Institutes        |
| WFR            | Wiederfindungsrate  | recovery   |

**Anschriften zur Beschaffung von Methodenbeschreibungen**

Hoechst Schering AgrEvo GmbH  
Zulassung Pflanzenschutz  
Gebäude K 607  
65926 Frankfurt

Agrolinz Agrarchemikalien München GmbH  
Postfach 81 01 47  
81901 München

BASF Aktiengesellschaft  
Länderbereich Vertrieb Deutschland  
Produkte für die Landwirtschaft  
Landwirtschaftliche Versuchsstation  
Postfach 1 20  
67114 Limburgerhof

Bayer Vital GmbH & Co. KG  
Postfach 10 03 44  
50443 Köln

CFPI Agro S.A.  
28. Boulevard Camelinat  
F-92233 Gennevilliers-Cedex

Cyanamid Agrar GmbH & Co. KG  
Postfach 1 00  
55270 Schwabenheim

DowAgroSciences GmbH  
Truderinger Straße 15  
81677 München

DuPont de Nemours (Deutschland) GmbH  
Abteilung Pflanzenschutz  
Du Pont Straße 1  
61343 Bad Homburg/v.d.H.

FMC Europe N.V.  
Avenue Louise 480 B9  
B-1050 Brussels

Feinchemie Schwebda GmbH  
Straßburger Straße 5  
37269 Eschwege

Frunol Delicia GmbH  
Hansastraße 74  
59425 Unna

ISK Biosciences Europe  
Avenue Louise 480 – 128  
B-1050 Bruxelles

Kemisk Vaerk Koge (KVK) Agro A/S  
Gl. Lyngvej 2  
DK-4600 Køge

Kenogard TV AB  
A Kema Nobel Company  
P.O. Box 11033  
S-10061 Stockholm

Lonza AG  
Münchensteinerstraße 38  
CH-4002 Basel

Luxan B.V.  
Postbus 9  
NL-6660 AA Elst (Gld.)

Merck, Sharp & Dohme (Europe) Inc.  
AH & ARD Europe  
Clos du Lynx 5  
B-1200 Bruxelles

Monsanto (Deutschland) GmbH  
Immermannstraße 3  
40210 Düsseldorf

Novartis Agro GmbH  
Liebigstr. 51-53  
60323 Frankfurt/Main

Nufarm GmbH & Co KG  
St.-Peter-Straße 25  
A-4021 Linz

Pharmatox Beratung und Forschung GmbH  
Vogtei-Ruthe-Straße 26  
31319 Sehnde

Rhizopon B.V.  
Postbus 110  
NL-2394 ZG Hazerswoude

Rhône-Poulenc Agro GmbH  
Emil-Hoffmann-Straße 1a  
50996 Köln

Rohm and Haas Deutschland GmbH  
Postfach 94 03 22  
60461 Frankfurt/Main

SKW Trostberg Aktiengesellschaft  
Marktbereich Landwirtschaft  
Postfach 12 62  
83303 Trostberg

C. F. Spiess & Sohn GmbH & Co  
Chemische Fabrik  
Postfach 12 60  
67262 Grünstadt

Stähler Agrochemie GmbH & Co. KG  
Postfach 20 47  
21660 Stade

Stefes Agro GmbH  
Postfach 14 50  
50143 Kerpen

Sumitomo Deutschland GmbH  
Georg-Glock-Straße 14  
40474 Düsseldorf

Trifolio-M GmbH  
Sonnenstraße 22  
35633 Lahnau

Venno GmbH  
Langer Kamp 104  
22850 Norderstedt

Wacker-Chemie GmbH  
Abt. Pflanzenschutz  
Hanns-Seidel-Platz 4  
81737 München

Zeneca Agro GmbH  
Postfach 50 07 28  
60395 Frankfurt/Main

ZERA Vertriebsgesellschaft  
für Agrarchemikalien mbH  
Oldesloer Straße 8  
23843 Travenbrück

## Literatur

Autorenteam (1970 – 1997): Gaschromatographie der Pflanzenschutzmittel, Tabellarische Literaturreferate I – XI. Mitteilungen aus der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft Berlin-Dahlem, Parey Buchverlag, Berlin.

DFG (1991): Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, Methodensammlung der Arbeitsgruppe "Analytik", 1. – 11. Lieferung, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim.

DIN ISO 10381-6: 1997, Bodenbeschaffenheit, Probenahme, Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden für die Bestimmung aerober mikrobieller Prozesse unter Laboratoriumsbedingungen.

DIN ISO 14507, Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für die Bestimmung von organischen Verunreinigungen in Böden, (Norm-Entwurf).

Goodenowe, D. B., D. B. Orescan und W. A. Babicki (1999): Multianalyte method for the simultaneous quantitation and confirmation of 21 sulfonylurea herbicides in soil using electrospray LC-triple-stage quadrupole mass spectrometry, DuPont Report No. AMR 4808-97 (15. April 1999), E. I. du Pont de Nemours & Co., DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station Wilmington, Del., Bezugsquelle: DuPont.

Handbuch der landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenbuch), Band I. Die Untersuchung von Böden, 4. Aufl. 1991, 1. Teillieferung 1991, 2. Teillieferung 1996, VDLUFA, Darmstadt.

ISO 10381-6: 1993, Soil quality, Sampling, Guidance on the collection, handling and storage of soil for the assessment of aerobic microbial processes in the laboratory.

ISO 11074-2: 1998, Soil quality, Vocabulary, Terms and definitions relating to sampling.

ISO 10381-1, Soil quality, Sampling, Guidance on the design of sampling programmes (Draft).

ISO 10381-2, Soil quality, Sampling, Guidance on sampling techniques (Draft).

ISO 10381-3, Soil quality, Sampling, Guidance on safety (Draft).

ISO 10381-4, Soil quality, Sampling, Guidance on the procedure for investigation of natural, near natural and cultivated sites (Draft).

Prakash, S. und W. Ebing (1989 und 1991): High Performance Liquid Chromatography of Pesticides, Tabular Literature Abstracts I + II, Mitteilungen aus der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft Berlin-Dahlem, Heft 251 und 270, Verlag Paul Parey, Berlin und Hamburg.

Specht, W., S. Pelz und W. Gilsbach (1995): Gas-chromatographic determination of pesticide residues after clean-up by gel-permeation chromatography and mini-silica gel-permeation chromatography, *Fres. J. Anal. Chem.*, **353**, 183 - 190.

Steinwandter, H. (1985): Universal 5-min on-line method for extraction and isolating pesticide residues and industrial chemicals, *Fres. Z. Anal. Chem.*, **322**, 752 - 754.

Steinwandter, H. (1987): Contributions to residue analysis in soils. I. Comments on pesticide extractions. *Fres. J. Anal. Chem.*, **327**, 309 - 311.

Thier, H.-P. und H. Frehse (1986): Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1986.

VDLUFA (Hrsg.) (1998): Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbächer in: Handbuch der Landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenbuch), Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt.



## Methodenübersicht – Verzeichnis der Wirkstoffe

In der folgenden Tabelle sind die Wirkstoffe zusammengestellt, für die in dieser Sammlung Methodenkurzfassungen enthalten sind oder die nach Literaturangaben mit Multimethoden bestimmt werden können.

Neben der Anzahl der in diesem Heft vorgestellten Methoden und dem Wirkungsbereich des Wirkstoffs ist die Seite angegeben, auf der die entsprechende Kurzfassung zu finden ist. Darüber hinaus werden in der Tabelle Angaben zur Verwendbarkeit von Multimethoden bei der Bestimmung von Rückständen in Boden gemacht. In dieser Spalte wird auf anwendbare Standard-Multimethoden verwiesen, wenn grundsätzlich die Eignung der Methode für den jeweiligen Wirkstoff festgestellt wurde (Die Kennzeichnung \* bedeutet, daß ausreichende Validierungsdaten für Boden nicht beschrieben sind.). Liegt für einen Wirkstoff ein Bericht über die Methodvalidierung vor, ist außerdem eine Methodenkurzfassung auf der angegebenen Seite in dieser Sammlung enthalten. Die verwendeten Abkürzungen verweisen auf die folgenden Multimethoden:

- S 19 W. Specht, H. P. Thier: Organochlor- und Organophosphor-Verbindungen sowie stickstoffhaltige und andere Pflanzenschutzmittel, Gaschromatische Bestimmung nach Reinigung durch Gelchromatographie und an einer Mini-Kieselgel-Säule, Methode S 19, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 1.-11. Lieferung (1969-1991), VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim;  
in aktualisierter Form veröffentlicht in:  
W. Specht, H. P. Thier: Organochlorine, organophosphorus, nitrogen-containing and other pesticides. Gas-chromatographic determination after cleanup by gel permeation chromatography and silica gel mini-column chromatography (DFG method S 19), in: H. P. Thier, H. Zeuner (eds.), Manual of pesticide residue analysis, Vol. 1 and 2, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1987 and 1992.
- S 19 mod. W. Specht, S. Pelz, W. Gilsbach: Gas-chromatographic determination of pesticide residues after clean-up by gel-permeation chromatography and mini-silica gel-column chromatography, 6<sup>th</sup> Communication: Replacement of dichloromethane by ethyl acetate/cyclohexane in liquid-liquid partition and simplified conditions for extraction and liquid-liquid partition, Fresenius J. Anal. Chem., **353** (1995), 183-190.
- VDLUFA VDLUFA (Hrsg.): Bestimmungen von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektoren, bearbeitet von G. Offenbächer, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996.

| Wirkstoff       | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode                | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|-----------------|----------------------|-----------------------------|--------------------------------------|----------|
| Abamectin       | A, I                 |                             | 1                                    | 26       |
| Aclonifen       | H                    | S 19 mod.                   | 2                                    | 27       |
| Amidosulfuron   | H                    |                             | 1                                    | 29       |
| Amitraz         | A, I                 |                             | 2                                    | 30       |
| Amitrol         | H                    |                             | 2                                    | 32       |
| Anthrachinon    | P                    | S 19 *                      | 1                                    | 34       |
| Azadirachtin    | I                    |                             | 1                                    | 35       |
| Azocyclotin     | A                    |                             | 1                                    | 36       |
| Azoxystrobin    | F                    | S 19 mod.                   | 2                                    | 37       |
| Bendiocarb      | I                    | S 19 *                      | 1                                    | 39       |
| Benfuracarb     | I                    |                             | 1                                    | 40       |
| Benomyl         | F                    |                             | 1                                    | 41       |
| Bentazon        | H                    |                             | 3                                    | 42       |
| Bifenox         | H                    | S 19 *                      | 2                                    | 45       |
| Bitertanol      | F                    | S 19 *                      | 3                                    | 47       |
| Brodifacoum     | R                    |                             | 1                                    | 50       |
| Bromadiolon     | R                    |                             | 1                                    | 51       |
| Bromoxynil      | H                    | S 19 * (Octanoat)           | 2                                    | 52       |
| Bromuconazol    | F                    | S 19 mod.                   | 2                                    | 54       |
| Buprofezin      | I                    | S 19 *                      | 1                                    | 56       |
| Butocarboxim    | I                    |                             | 2                                    | 57       |
| Butoxycarboxim  | I                    |                             | 2                                    | 59       |
| Captan          | F                    | S 19 *                      | 1                                    | 61       |
| Carbendazim     | F                    |                             | 1                                    | 62       |
| Carbetamid      | H                    |                             | 2                                    | 63       |
| Carbofuran      | I                    |                             | 3                                    | 65       |
| Carbosulfan     | I                    |                             | 1                                    | 68       |
| Carboxin        | F                    |                             | 1                                    | 69       |
| Carfentrazone   | H                    | S 19 mod. *<br>(Ethylester) | 1                                    | 70       |
| Chlorfenvinphos | I                    | S 19 *                      | 2                                    | 71       |

| Wirkstoff     | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode                  | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|---------------|----------------------|-------------------------------|--------------------------------------|----------|
| Chlorflurenol | H, W                 |                               | 1                                    | 73       |
| Chloridazon   | H                    | S 19 *                        | 1                                    | 74       |
| Chlormequat   | W                    |                               | 3                                    | 75       |
| Chlorphacinon | R                    |                               | 2                                    | 78       |
| Chlorpropham  | H, W                 | S 19 *                        | 1                                    | 80       |
| Chlorpyrifos  | I                    | S 19 mod.                     | 2                                    | 81       |
| Chlorsulfuron | H                    |                               | 1                                    | 83       |
| Chlorthalonil | F                    | S 19 *                        | 1                                    | 84       |
| Chlortoluron  | H                    | S 19                          | 1                                    | 85       |
| Clodinafop    | H                    | S 19 mod.<br>(Propargylester) | 2                                    | 86       |
| Clofentezin   | A                    |                               | 2                                    | 88       |
| Clomazone     | H                    | S 19 mod.                     | 2                                    | 90       |
| Clopyralid    | H                    |                               | 2                                    | 92       |
| Coumatetralyl | R                    |                               | 1                                    | 94       |
| Cyanamid      | H                    |                               | 1                                    | 95       |
| Cycloxydim    | H                    |                               | 1                                    | 96       |
| Cyfluthrin    | I                    | S 19 mod.                     | 2                                    | 97       |
| β-Cyfluthrin  | I                    | S 19 *                        | 1                                    | 99       |
| λ-Cyhalothrin | I                    | S 19 *                        | 1                                    | 100      |
| Cymoxanil     | F                    | S 19 *                        | 2                                    | 101      |
| Cypermethrin  | I                    | S 19 *                        | 1                                    | 103      |
| Cyproconazol  | F                    | S 19 *                        | 1                                    | 104      |
| Cyprodinil    | F                    | S 19 mod.                     | 1                                    | 105      |
| 2,4-D         | H                    |                               | 2                                    | 106      |
| Dazomet       | N                    |                               | 1                                    | 108      |
| Deiquat       | H                    |                               | 1                                    | 109      |
| Deltamethrin  | I                    | S 19 *                        | 1                                    | 110      |
| Desmedipham   | H                    | S 19 *                        | 1                                    | 111      |
| Dicamba       | H                    |                               | 1                                    | 112      |
| Dichlobenil   | H                    | VDLUFA<br>S 19 *              | 3                                    | 113      |

| Wirkstoff                      | Wirkungsbereich | Multimethode         | Anzahl Methodenkurzfassungen | ab Seite |
|--------------------------------|-----------------|----------------------|------------------------------|----------|
| Dichlofluanid                  | F               | S 19 *               | 1                            | 116      |
| Dichlorprop-P                  | H               |                      | 1                            | 117      |
| Dichlorvos                     | I               | S 19 *               | 1                            | 118      |
| Diclofop                       | H               | S 19 * (Methylester) | 2                            | 119      |
| Didecyldimethylammoniumchlorid | B, F            |                      | 1                            | 121      |
| Diethofencarb                  | F               | S 19 mod.            | 1                            | 122      |
| Difenoconazol                  | F               | S 19 *               | 1                            | 123      |
| Diflubenzuron                  | I               |                      | 2                            | 124      |
| Diflufenican                   | H               |                      | 2                            | 126      |
| Dikegulac                      | W               |                      | 1                            | 128      |
| Dimefuron                      | H               |                      | 1                            | 129      |
| Dimethachlor                   | H               | S 19 *               | 1                            | 130      |
| Dimethenamid                   | H               | S 19 mod.            | 2                            | 131      |
| Dimethoat                      | A, I            | S 19 *               | 2                            | 133      |
| Dimethomorph                   | F               | S 19 mod. *          | 1                            | 135      |
| Diniconazol                    | F               | S 19 mod.            | 1                            | 136      |
| Dithianon                      | F               |                      | 1                            | 137      |
| Diuron                         | H               | VDLUFA*              | 1                            | 138      |
| Epoxiconazol                   | F               | S 19 *               | 2                            | 139      |
| Esfenvalerat                   | I               | S 19 *               | 1                            | 141      |
| Ethephon                       | W               |                      | 2                            | 142      |
| Ethiofencarb                   | I               |                      | 1                            | 144      |
| Ethofumesat                    | H               | S 19 *               | 3                            | 145      |
| Fenarimol                      | F               |                      | 1                            | 148      |
| Fenazaquin                     | A               | S 19                 | 1                            | 149      |
| Fenbuconazol                   | F               | S 19 *               | 1                            | 150      |
| Fenbutatin-oxid                | A               |                      | 2                            | 151      |
| Fenfuram                       | F               |                      | 1                            | 153      |
| Fenhexamid                     | F               |                      | 2                            | 154      |
| Fenoxaprop                     | H               |                      | 1                            | 156      |
| Fenoxycarb                     | I               | S 19                 | 1                            | 157      |

| Wirkstoff           | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode          | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|---------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------------|----------|
| Fenpiclonil         | F                    | S 19 mod.             | 2                                    | 158      |
| Fenpropathrin       | A, I                 | S 19 mod.             | 2                                    | 160      |
| Fenpropidin         | F                    | S 19 *                | 1                                    | 162      |
| Fenpropimorph       | F                    | S 19 *                | 1                                    | 163      |
| Fenpyroximat        | A                    | S 19                  | 1                                    | 164      |
| Fenthion            | I                    | S 19 *                | 1                                    | 165      |
| Fentin-hydroxid     | F                    |                       | 1                                    | 166      |
| Fenvalerat          | A, I                 | S 19 *                | 1                                    | 167      |
| Flocoumafen         | R                    |                       | 1                                    | 168      |
| Fluazifop-P         | H                    |                       | 1                                    | 169      |
| Fluazinam           | F                    | S 19 *<br>S 19 mod. * | 1                                    | 170      |
| Fludioxonil         | F                    | S 19 mod.             | 1                                    | 171      |
| Flufenacet          | H                    |                       | 1                                    | 172      |
| Fluoroglycofen      | H                    | S 19 * (Ethylester)   | 1                                    | 173      |
| Flupyrsulfuron      | H                    |                       | 1                                    | 174      |
| Fluquinconazol      | F                    | S 19 mod.             | 1                                    | 175      |
| Flurochloridon      | H                    |                       | 1                                    | 176      |
| Fluroxypyr          | H                    |                       | 3                                    | 177      |
| Flurprimidol        | W                    |                       | 1                                    | 180      |
| Flurtamone          | H                    | S 19 mod.             | 1                                    | 181      |
| Flusilazol          | F                    | S 19 *<br>S 19 mod. * | 2                                    | 182      |
| Flutriafol          | F                    | S 19 mod.             | 1                                    | 184      |
| $\tau$ -Fluvalinat  | I                    | S 19 *                | 1                                    | 185      |
| Folpet              | F                    | S 19 *                | 1                                    | 186      |
| Fuberidazol         | F                    | S 19 *                | 2                                    | 187      |
| Glufosinat          | H                    |                       | 1                                    | 189      |
| Glyphosat           | H                    |                       | 1                                    | 190      |
| Glyphosat-trimesium | H                    |                       | 2                                    | 191      |
| Guazatin            | F                    |                       | 1                                    | 193      |
| Haloxypop           | H                    |                       | 1                                    | 194      |

| Wirkstoff              | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode      | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|------------------------|----------------------|-------------------|--------------------------------------|----------|
| Hexythiazox            | A                    | S 19 *            | 1                                    | 195      |
| Hymexazol              | F                    |                   | 2                                    | 196      |
| Imazalil               | F                    | S 19 *            | 1                                    | 198      |
| Imidacloprid           | I                    |                   | 1                                    | 199      |
| 4-(3-Indol)buttersäure | W                    |                   | 1                                    | 200      |
| 3-Indolessigsäure      | W                    |                   | 1                                    | 201      |
| Ioxynil                | H                    | S 19 * (Octanoat) | 3                                    | 202      |
| Iprodion               | F                    | S 19 *            | 1                                    | 205      |
| Isofenphos             | I                    | S 19 *            | 1                                    | 206      |
| Isoproturon            | H                    | VDLUFA            | 1                                    | 207      |
| Isoxaben               | H                    |                   | 1                                    | 208      |
| Kresoxim-methyl        | F                    | S 19 mod.         | 2                                    | 209      |
| Kupfersulfat, basisch  | F                    |                   | 1                                    | 211      |
| MCPA                   | H                    | S 19 *            | 3                                    | 212      |
| Mecoprop-P             | H                    |                   | 1                                    | 215      |
| Metalaxyl              | F                    | S 19 *            | 2                                    | 216      |
| Metaldehyd             | M                    |                   | 1                                    | 218      |
| Metam                  | N                    |                   | 2                                    | 219      |
| Metamitron             | H                    | S 19 *<br>VDLUFA  | 1                                    | 221      |
| Metazachlor            | H                    | VDLUFA            | 1                                    | 222      |
| Metconazol             | F                    | S 19 mod.         | 1                                    | 223      |
| Methamidophos          | A, I                 | S 19 *            | 1                                    | 224      |
| Methidathion           | A, I                 | S 19 *            | 2                                    | 225      |
| Methiocarb             | A, I, M              |                   | 1                                    | 227      |
| Metobromuron           | H                    | VDLUFA            | 1                                    | 228      |
| Metolachlor            | H                    | S 19 *<br>VDLUFA  | 2                                    | 229      |
| Metosulam              | H                    |                   | 1                                    | 231      |
| Metribuzin             | H                    | S 19 *            | 4                                    | 232      |
| Metsulfuron            | H                    |                   | 3                                    | 236      |
| Mineralöle             | A, H, I              |                   | 1                                    | 239      |

| Wirkstoff              | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode     | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|------------------------|----------------------|------------------|--------------------------------------|----------|
| Myclobutanil           | F                    | S 19 mod.        | 1                                    | 240      |
| 1-Naphthylelessigsäure | W                    |                  | 1                                    | 241      |
| Napropamid             | H                    | S 19 mod.        | 2                                    | 242      |
| Nicosulfuron           | H                    |                  | 1                                    | 244      |
| Nuarimol               | F                    | S 19 mod.        | 2                                    | 245      |
| Omethoat               | A, I                 | S 19 *           | 1                                    | 247      |
| Oxydemeton-methyl      | A, I                 | S 19 *           | 1                                    | 248      |
| Paraquat               | H                    |                  | 1                                    | 249      |
| Parathion              | A, I                 | S 19 mod.        | 2                                    | 250      |
| Parathion-methyl       | A, I                 |                  | 1                                    | 252      |
| Penconazol             | F                    | S 19 mod.        | 1                                    | 253      |
| Pencycuron             | F                    |                  | 1                                    | 254      |
| Pendimethalin          | H                    | S 19 *<br>VDLUFA | 3                                    | 255      |
| Permethrin             | I                    | S 19 *           | 2                                    | 258      |
| Phenmedipham           | H                    | S 19 *           | 3                                    | 260      |
| Phosphamidon           | A, I                 | S 19 *           | 1                                    | 263      |
| Phoxim                 | I                    | S 19 *           | 1                                    | 264      |
| Pirimicarb             | I                    | S 19 mod.        | 2                                    | 265      |
| Pirimiphos-methyl      | I                    | S 19 *           | 1                                    | 267      |
| Primisulfuron          | H                    |                  | 1                                    | 268      |
| Prochloraz             | F                    | S 19 *           | 3                                    | 269      |
| Propamocarb            | F                    |                  | 1                                    | 272      |
| Propaquizafop          | H                    |                  | 1                                    | 273      |
| Propiconazol           | F                    | S 19 *           | 1                                    | 274      |
| Propoxur               | I                    | S 19 *           | 1                                    | 275      |
| Propyzamid             | H                    | S 19 *<br>VDLUFA | 2                                    | 276      |
| Prosulfocarb           | H                    | S 19 *           | 2                                    | 278      |
| Prosulfuron            | H                    |                  | 2                                    | 280      |
| Pymetrozin             | A, I                 |                  | 1                                    | 282      |
| Pyrazophos             | F                    | S 19 *           | 1                                    | 283      |

| Wirkstoff         | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode          | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|-------------------|----------------------|-----------------------|--------------------------------------|----------|
| Pyrethrine        | I                    | S 19 *                | 1                                    | 284      |
| Pyridat           | H                    |                       | 2                                    | 285      |
| Pyrifenox         | F                    | S 19 mod.             | 1                                    | 287      |
| Pyrimethanil      | F                    | S 19 mod.             | 3                                    | 288      |
| Quinmerac         | H                    |                       | 2                                    | 291      |
| Quinoclammin      | H                    | S 19 mod.             | 1                                    | 293      |
| Quinoxifen        | F                    | S 19 mod.             | 2                                    | 294      |
| Quizalofop-P      | H                    |                       | 1                                    | 296      |
| Rimsulfuron       | H                    |                       | 2                                    | 297      |
| Schwefel          | A, F                 |                       | 1                                    | 299      |
| Simazin           | H                    | S 19 *                | 1                                    | 300      |
| Spiroxamin        | F                    |                       | 1                                    | 301      |
| Sulcotrion        | H                    |                       | 1                                    | 302      |
| Sulfachinoxalin   | B                    |                       | 1                                    | 303      |
| Sulfotep          | A, I                 | S 19 *                | 1                                    | 304      |
| Tebuconazol       | F                    | S 19 *                | 2                                    | 305      |
| Tebufenozid       | I                    | S 19 *<br>S 19 mod. * | 1                                    | 307      |
| Tebufenpyrad      | A                    | S 19 *                | 1                                    | 308      |
| Teflubenzuron     | I                    |                       | 1                                    | 309      |
| Tefluthrin        | I                    | S 19 mod.             | 3                                    | 310      |
| Terbufos          | I                    | S 19 *                | 1                                    | 313      |
| Terbuthylazin     | H                    | S 19 *<br>VDLUFA      | 1                                    | 314      |
| Terbutryn         | H                    | VDLUFA                | 2                                    | 315      |
| Tetraconazol      | F                    | S 19 mod.             | 1                                    | 317      |
| Thiabendazol      | F                    |                       | 1                                    | 318      |
| Thifensulfuron    | H                    |                       | 2                                    | 319      |
| Thiodicarb        | I                    |                       | 1                                    | 321      |
| Thiophanat-methyl | F                    |                       | 1                                    | 322      |
| Tolclofos-methyl  | F                    |                       | 1                                    | 323      |
| Tolyfluanid       | F                    | S 19 *                | 1                                    | 324      |



| Wirkstoff      | Wirkungs-<br>bereich | Multimethode | Anzahl<br>Methoden-<br>kurzfassungen | ab Seite |
|----------------|----------------------|--------------|--------------------------------------|----------|
| Triadimefon    | F                    | S 19 *       | 2                                    | 325      |
| Triadimenol    | F                    | S 19 *       | 1                                    | 327      |
| Triallat       | H                    | S 19 *       | 3                                    | 328      |
| Triasulfuron   | H                    |              | 1                                    | 331      |
| Triazophos     | A, I                 | S 19 *       | 1                                    | 332      |
| Triazoxid      | F                    | S 19 *       | 1                                    | 333      |
| Tribenuron     | H                    |              | 2                                    | 334      |
| Trichlorfon    | I                    |              | 1                                    | 336      |
| Triclopyr      | H                    |              | 1                                    | 337      |
| Tridemorph     | F                    |              | 1                                    | 338      |
| Triflumuron    | I                    |              | 1                                    | 339      |
| Trifluralin    | H                    | S 19 mod.    | 2                                    | 340      |
| Triflusulfuron | H                    |              | 1                                    | 342      |
| Triforin       | A, F                 |              | 1                                    | 343      |
| Trinexapac     | W                    |              | 1                                    | 344      |
| Triticonazol   | F                    | S 19 mod.    | 1                                    | 345      |
| Vinclozolin    | F                    | S 19 *       | 1                                    | 346      |
| Warfarin       | R                    |              | 1                                    | 347      |

Wirkungsbereiche:

|   |                            |
|---|----------------------------|
| A | Akarizid                   |
| B | Bakterizid                 |
| F | Fungizid                   |
| H | Herbizid                   |
| I | Insektizid                 |
| M | Molluskizid                |
| N | Nematizid                  |
| P | Repellent                  |
| R | Rodentizid                 |
| W | Pflanzenwachstumsregulator |

## Übersetzungen wichtiger Begriffe

|  |                                  |
|--|----------------------------------|
| Kurzfassungen der Methoden                 | Abstracts of methods             |
| Wasserlöslichkeit                          | water solubility                 |
| Bezugsquelle                               | source of supply                 |
| Autor/Zitat                                | Author/Reference                 |
| Prüflabor                                  | Test facility                    |
| Prüfsubstanz                               | Test substance                   |
| Probenmaterialien                          | Matrix                           |
| Boden                                      | soil                             |
| Lehm                                       | loam                             |
| Ton  | clay                             |
| Sand                                       | sand                             |
| Schluff                                    | silt                             |
| tonig                                      | clayey                           |
| sandig                                     | sandy                            |
| schluffig                                  | silty                            |
| lehmig                                     | loamy                            |
| Extraktion                                 | Extraction                       |
| Schütteln                                  | shake                            |
| Kochen                                     | boil                             |
| Ansäuern                                   | acidification                    |
| Ausschütteln, (Flüssig-flüssig) Verteilung | liquid-liquid partition          |
| Einengen                                   | concentration                    |
| Festphasenextraktion                       | solid phase extraction           |
| Kartusche                                  | cartridge                        |
| Lösung                                     | solution                         |
| Rückfluß                                   | reflux                           |
| Behandlung                                 | treatment                        |
| Natronlauge                                | caustic soda solution            |
| Ultraschallbad                             | ultrasonic bath                  |
| Heißextraktion                             | hot extraction                   |
| Phosphorsäure                              | phosphoric acid                  |
| Probe                                      | sample                           |
| Salzsäure                                  | hydrochloric acid                |
| Schwefelsäure                              | sulfuric acid                    |
| Wasser                                     | water                            |
| Eisessig, Essigsäure                       | glacial acetic acid, acetic acid |

|                                       |                            |
|---------------------------------------|----------------------------|
| Reinigung/Derivatisierung             | Clean up/Derivatization    |
| Ionenaustauscher                      | ion exchanger              |
| Kieselgel                             | silica gel                 |
| Puffer                                | buffer                     |
| Säulenchromatographie                 | column chromatography      |
| Umlösen                               | redissolve                 |
| Wirkstoff                             | active substance           |
| Säule                                 | column                     |
| wässrig                               | aqueous                    |
| eindampfen                            | evaporate                  |
| Umsetzung                             | reaction                   |
| Lösen                                 | dissolve                   |
| Einstellen                            | adjust                     |
| Überführen                            | transfer                   |
| Endbestimmung als                     | Determination as           |
| Bestimmungsprinzip                    | Method of determination    |
| Anionenaustauscher                    | anion exchanger            |
| Anregung                              | excitation                 |
| gepackte Säule                        | packed column              |
| Kapillarsäule                         | capillary column           |
| Nachsäulenderivatisierung             | post column derivatization |
| Säulenschaltung, Säulen-Schalttechnik | column switching           |
| Bestimmungsgrenze                     | Limit of determination     |
| Wiederfindungsraten                   | Recoveries                 |
| Zusätze                               | fortification              |
| Blindwerte                            | Blank value                |
| Nicht aufgetreten                     | not observed               |
| Keine Angaben                         | not stated                 |
| Bemerkungen                           | Remarks                    |
| Absicherung, Bestätigung              | confirmation               |
| Nachweisgrenze                        | limit of detection         |
| siehe                                 | see                        |

**Abamectin**

Methoden-Nr. 0679-B01

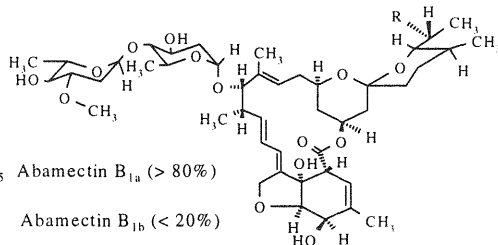
Gemisch aus B<sub>1a</sub> und (B<sub>1b</sub>)

CAS-Nr. 65195-55-3 (65195-56-4)

C<sub>48</sub>H<sub>72</sub>O<sub>14</sub> (C<sub>47</sub>H<sub>70</sub>O<sub>14</sub>)

M = 873,1 (859,1) g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): < 1 mg/l



**Bezugsquelle**

Novartis

**Autor**

P. G. Vertz

**Zitat**

Method Validation for the HPLC Analysis of Avermectin B1 and its Delta 8,9 Isomer in Soil, 618 87 6045R (1. November 1988)

**Prüflabor**

Analytical Development Corporation, Colorado Springs, USA

**Prüfsubstanz**

Abamectin B<sub>1a</sub> und B<sub>1b</sub>, Delta-8,9-Isomeres von Abamectin B<sub>1</sub> (photochemisches Abbauprodukt)

**Probenmaterialien**

Boden

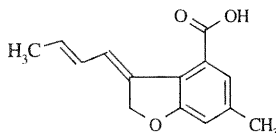
**Extraktion**

Acetonitril/Wasser (1:1 v/v) 2 h im Soxhlet

**Reinigung und Derivatisierung**

Überführung in wäßrige Lösung, Reinigung über eine C8-Säule, Elution mit Acetonitril, Verteilung Hexan/Wasser-Acetonitril, Reinigung über eine Aminopropyl-Säule unter Verwendung von Aceton/Dichlormethan (50:50 v/v) als Eluent, Umsetzung des getrockneten Rückstandes mit 1-Methylimidazol und Trifluoressigsäureanhydrid und nachfolgend mit methanolischem Ammoniak, Reinigung der Chloroformlösung über Kieselgelsäule

**Endbestimmung als**



**Bestimmungsprinzip**

HPLC-FD (Anregung 365 nm, Emission 418 nm), stationäre Phase: Chromegabond MC-18, mobile Phase: Wasser/ Methanol (10:90)

**Bestimmungsgrenze**

B<sub>1a</sub>: 2 µg/kg, B<sub>1b</sub>: 3 µg/kg, Delta 8,9: 2 µg/kg

**Wiederfindungsraten**

B<sub>1a</sub>: 97% (v = 3%, n = 9) bei Zusätzen von 2 – 40 µg/kg, B<sub>1b</sub>: 99% (v = 1,7%, n = 3) bei Zusätzen von 3 µg/kg, Delta 8,9: 88% (v = 2,7%, n = 6) bei Zusätzen von 2 und 10 µg/kg

**Blindwerte**

Nicht aufgetreten

**Bemerkungen**

Unabhängige Validierung in der BBA s. R. Binner: Experimentelle Überprüfung von Rückstandsanalysenverfahren, FC0192 (10. April 1992), Bestimmungsgrenze 0,015 mg/kg, WFR 82%

---

**Aclonifen**Methoden-Nr. 0656-B01

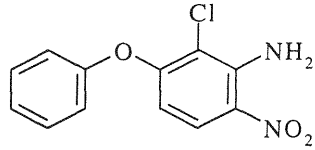
---

CAS-Nr. 74070-46-5

 $C_{12}H_9ClN_2O_3$ 

M = 264,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,4 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | A. Stratmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues in Soil Samples of the Study No. 92-327, Study No. A & M 045/92 (25. Juli 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | A & M, Labor für Analytik und Metabolismusforschung Service GmbH, Köln                                    |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Aclonifen   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln (20 Min.) mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säulenchromatographie unter Verwendung einer Florisilsäule und Toluol/Hexan (8:2) als Eluent              |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Aclonifen   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare DB-1701, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 12%, n = 26) bei Zusätzen von 0,01 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Aclonifen**Methoden-Nr. 0656-B02

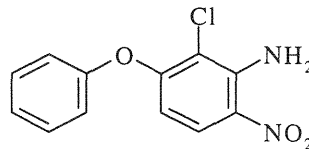
---

CAS-Nr. 74070-46-5

 $C_{12}H_9ClN_2O_3$ 

M = 264,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,4 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenprothrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Aclonifen  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Aclonifen  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 21%, n = 8) bei Zusätzen von 0,05 und 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

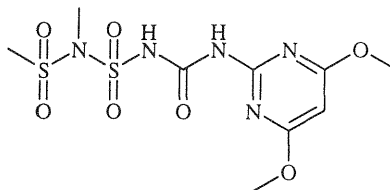
**Amidosulfuron**Methoden-Nr. 0876-B01

---

CAS-Nr. 120923-37-7

 $C_9H_{15}N_5O_7S_2$ 

M = 369,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3 mg/l (pH 3), 9 mg/l  
(pH 5,8), 13 mg/l (pH 10)

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | M. Uihlein, C. Eichelmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Flüssigchromatographische Bestimmung von Hoe 075032 (Amidosulfuron) in Boden, AL 003/91-0 (8. April 1992)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Bereich Landwirtschaft, Produktentwicklung-Ökologie II, Frankfurt/Main   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Amidosulfuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Rühren (0,5 h) mit Acetonitril/Wasser (9:1 v/v) und anschließende Zentrifugation  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE mit C-18 Kartusche unter Verwendung von Methanol/0,02 M Natronlauge (2:8 v/v), angesäuerte Probe erneut über C-18 Kartusche unter Verwendung von Ethylacetat/Methanol/Ammoniaklösung (70:30:2 v/v/v)                             |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Amidosulfuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (238 nm), Säulenschaltung: Anionenaustauscher Nucleosil SB und Umkehrphase Hypersil ODS C18, Gradientenelution Wasser (0,005 M Tetrabutylammoniumhydrogensulfat, 0,05 M Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , pH 5)/Acetonitril |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 2 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 7%, n = 12) bei Zusätzen von 0,002 – 1,01 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg  |

---

**Amitraz**Methoden-Nr. 0532-B01

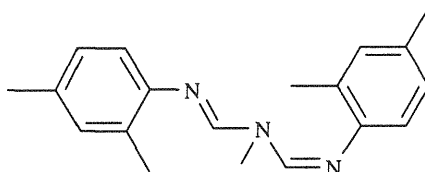
---

CAS-Nr. 33089-61-1

 $C_{19}H_{23}N_3$ 

M = 293,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,1 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | J. D. Manley, P. J. Snowdon   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Residues of Amitraz in Soil, Schering Report Resid/86/86 (9. November 1986)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering Agrochemicals Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden Essex, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Amitraz   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | 5 Minuten Schütteln mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Entfernung des Lösemittels im Rotationsverdampfer und Aufnahme in Ethylacetat/Toluol  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Amitraz   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, mit Ultrabond 20 M gepackte Glassäule (1 m)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 11%, n = 9) bei Zusätzen von 0,02 - 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Amitraz wird in Erde schnell zu N <sup>1</sup> -(2,4-Dimethylphenyl)-N-methyl-formamidin, 2,4-Dimethylphenylformamid und 2,4-Dimethylanilin abgebaut. Methoden zur Bestimmung einzelner Amitrazabbau-produkte siehe Schering Report Resid/86/60 (2. Februar 1987) und Schering Report Resid/86/61 (2. Februar 1987), zur summarischen Erfassung von Amitraz und seiner Abbau-produkte siehe Methode Nr. 0532-B02. |



---

**Amitraz**Methoden-Nr. 0532-B02

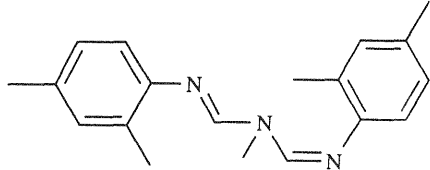
---

CAS-Nr. 33089-61-1

 $C_{19}H_{23}N_3$ 

M = 293,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | J. D. Manley, P. J. Snowdon  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Combined Residues of Amitraz and Metabolites in Soil, Schering Report Resid/86/52 (17. Oktober 1986)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering Agrochemicals Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden Essex, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Amitraz, N'-(2,4-Dimethylphenyl)-N-methyl-formamidin, 2,4-Dimethylphenylformamid und 2,4-Dimethylanilin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (schluffiger Lehm bzw. sandiger toniger Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Basische Hydrolyse aller Komponenten zu 2,4-Dimethylanilin mit gleichzeitiger Wasserdampfdestillation und Extraktion mittels Toluol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Mehrere Verteilungsschritte zwischen wäßriger Phase bei unterschiedlichen pH-Werten und organischer Phase  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2,4-Dimethylanilin unter Verwendung von 3,4-Dichloranilin als internem Standard  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, gepackte Glassäule (1 m) 10% Apiezon L + 2% KOH auf Chromosorb W   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg Äquivalente Amitraz   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% (v = 10,3%, n = 11) bei Zusätzen von 0,01 - 0,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 8 µg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Amitraz wird in Erde schnell zu N'-(2,4-Dimethylphenyl)-N-methyl-formamidin, 2,4-Dimethylphenylformamid und 2,4-Dimethylanilin abgebaut. Methoden zur Bestimmung einzelner Amitrazabbau-produkte siehe Schering Report Resid/86/60 (2. Februar 1987) und Schering Report Resid/86/61 (2. Februar 1987) |

---

**Amitrol**Methoden-Nr. 0004-B01

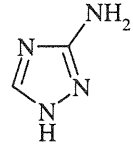
---

CAS-Nr. 61-82-5

 $C_2H_4N_4$ 

M = 84,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 280 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | J. M. van der Poll, M. Vink, J. K. Quirijns   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Amitrole in Plant Tissues and Sandy Soils by Capillary Gas Chromatography with Alkali Flame Ionisation, Chromatographia Vol. <b>30</b> , No. 3/4, 155-158 (1990) |
| <b>Prüflabor</b>                     | TNO-CIVO Institutes, Toxicological Departement, AJ Zeist, Niederlande   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Amitrol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Ethanol/Wasser (9:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an Amberlite, Elution mit 4 M Ammoniumhydroxid-Lsg., Acetylierung mit Essigsäure-Anhydrid, Reinigung an SEP-PAK Kieselgelkartusche, Elution mit 75% Ethylacetat/Hexan (v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Acetyl-Amitrol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Säulen: CP-Sil 5 CB, DB-1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 9%, n = 8) bei Zusätzen von 0,05 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Amitrol**Methoden-Nr. 0004-B02

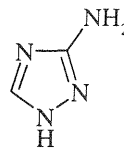
---

CAS-Nr. 61-82-5

 $C_2H_4N_4$ 

M = 84,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 280 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | E. Weber  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur Bestimmung von Amitrol-Rückständen in Pflanzenmaterial, Boden und Wasser, Methode H 600 (30. August 1988)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Ressort Forschung / Abteilung CE, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Monheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Amitrol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Kationenaustauscher-Säule, Elution mit 2 M Ammoniak-Lsg., SPE an Aluminiumoxid, Elution mit Wasser  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Amitrol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-elektrochem. Detektor, stationäre Phase: Nucleosil C18, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (800:200, 10 mM Phosphorsäure, 10 mM Kaliumhydrogenphosphat, 4 mM Natriumdodecylsulfat) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 8%, n = 4) bei Zusätzen von 0,005 und 0,05 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 20% der Bestimmungsgrenze   |

---

**Anthrachinon**

---

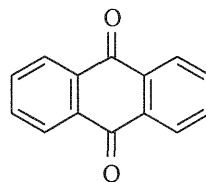
Methoden-Nr. 0123-B01

CAS-Nr. 84-65-1

 $C_{14}H_8O_2$ 

M = 208,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,084 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | K. Vogeler   |
| <b>Zitat</b>                         | Vorläufige gaschromatographische Methode zur Bestimmung von Anthrachinon-Rückständen im Boden, RA-273 (22. April 1975) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen          |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Anthrachinon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Benzol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Keine weitere Reinigung  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Anthrachinon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 10% OV-1 auf Chromosorb HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 69% ( $v = 7\%$ , $n = 6$ ) bei Zusätzen von 0,1 - 5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Azadirachtin (Neem)**

---

Methoden-Nr. 0943-B01

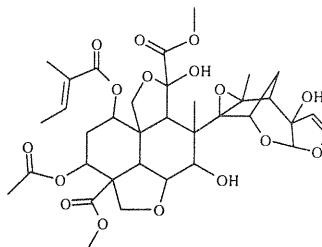
Azadirachtin A

CAS-Nr. 11141-17-6

 $C_{35}H_{44}O_{16}$ 

M = 720,72 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 2,9 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Trifolio M  |
| <b>Autor</b>                         | R. Troß   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Azadirachtin A-Rückständen in Boden, LP 96.7, Validierung der Methode ARn-04 (14. Oktober 1996)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Trifolio-M, Lahnau  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Azadirachtin A  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol (70 vol-%)/Wasser  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Festphasenextraktion (RP-C18), Elution mit Methanol   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Azadirachtin A  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (214 nm), stationäre Phase: RP-C18, mobile Phase: Gradient Acetonitril/Wasser  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 5%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Der Wirkstoff Azadirachtin (Neem) ist ein Extrakt aus den Samenkernen des Neembaumes ( <i>Azadirachta indica</i> ) und besteht aus einer Vielzahl von Verbindungen. Azadirachtin A ist die Hauptkomponente des Neem-Extraktes. Im Wirkstoff des Produktes Neem-Azal beträgt der Anteil von Azadirachtin A $34 \pm 9\%$ . Weitere wichtige Komponenten sind Azadirachtin B ( $5,5 \pm 1\%$ ) und Salannin ( $3 \pm 2\%$ ). |

**Azocyclotin**

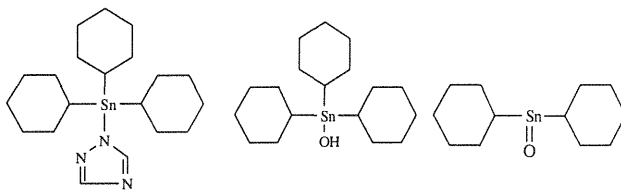
Methoden-Nr. 0480-B01

CAS-Nr. 41083-11-8

C<sub>20</sub>H<sub>35</sub>N<sub>3</sub>Sn

M = 436,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): < 1 mg/l



Tricyclohexylzinnhydroxid Dicyclohexylzinnoxid

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung des Akarizids ®Peropal und seiner Metaboliten in Pflanzen, Böden, Wasser und Kleintierfutter, Pflanzenschutz-Nachrichten Bayer <b>30</b> (3), 249-263 (1977) und ergänzende Angaben von Bayer AG, PF-A/CE-MR (17. Januar 1983) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Ressort Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Azocyclotin, Tricyclohexylzinnhydroxid (Metabolit), Dicyclohexylzinnoxid (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2 und 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisieren mit Wasser, Aceton und HBr  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der vereinigten Filtrate mit <i>n</i> -Hexan, Umsetzung mit CH <sub>3</sub> -Mg-Cl, Säulenchromatographie unter Verwendung einer Florisilsäule und <i>n</i> -Hexan als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Azocyclotin und Tricyclohexylzinnhydroxid summarisch als Tricyclohexylmethylzinn, Dicyclohexylzinnoxid als Dicyclohexyldimethylzinn  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD, gepackte Glassäule 3% QF-1 auf Chromosorb G bzw. 5% DC-200 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Azocyclotin: 90% (v = 6,0%, n = 6)<br>Tricyclohexylzinnhydroxid: 96% (v = 4,2%, n = 8)<br>Dicyclohexylzinnoxid: 96% (v = 17,7%, n = 8) bei Zusätzen von 0,05 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Weitere GC-Methode zur summarischen Erfassung von Azocyclotin und 1,2,4-Triazol mit Bestimmungsgrenze von 0,1 mg/kg beschrieben  |

---

**Azoxystrobin**Methoden-Nr. 0902-B01

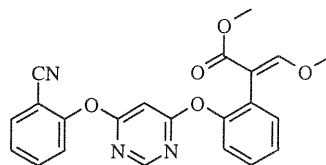
---

CAS-Nr. 131860-33-8

 $C_{22}H_{17}N_3O_5$ 

M = 403,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 6,7 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | M. Earl, S. D. Jones, A. J. Campbell   |
| <b>Zitat</b>                         | ICIA5504, R230310 and R234886: Validation of Methods for the Determination of Residues in Soil, RJ 1740B (22. November 1994)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | E- und Z-Isomere von Azoxystrobin, Z-Isomeres der freien Säure (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol/Wasser (75:25 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Flüssig-flüssig-Verteilung nach Zugabe von angesäuertes NaCl-Lösung und Dichlormethan, organische Phase zur Trockne eindampfen und Rückstand in mobiler Phase der HPLC aufnehmen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | E- und Z-Isomere von Azoxystrobin, Z-Isomeres der freien Säure   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV-D (255 nm), stationäre Phase: Spherisorb 5 ODS 2, mobile Phase: Gradientenelution Wasser/Acetonitril/Essigsäure, Strukturbestätigung mittels HPLC-MS-MS                  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | (E-)Azoxystrobin: 91% (v = 8%, n = 29)<br>(Z-)Azoxystrobin: 88% (v = 11%, n = 29)<br>Säure: 92% (v = 12%, n = 29) bei Zusätzen von 0,02 – 10 mg/kg                               |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Zusätzliche Validierungsdaten aus Versuchen mit radioaktiv markierten Prüfsubstanzen   |

---

**Azoxystrobin**Methoden-Nr. 0902-B02

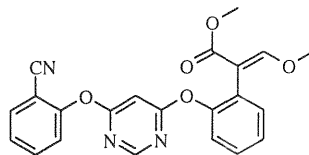
---

CAS-Nr. 131860-33-8

 $C_{22}H_{17}N_3O_5$ 

M = 403,4g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 6,7 mg/l (pH 7)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Azoxystrobin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Azoxystrobin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 104% (v = 6%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995)                |



---

**Bendiocarb**Methoden-Nr. 0469-B01

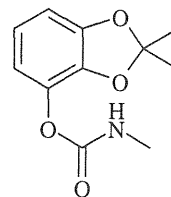
---

CAS-Nr. 22781-23-3

 $C_{11}H_{13}NO_4$ 

M = 223,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 260 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | J. B. Reary  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Bendiocarb Residues in Soil, NC 6897/R33, Fisons Report RESID/78/37 (Mai 1978)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Fisons Ltd., Agrochemical Division, Chesterford Park Research Station, Saffron Walden, Essex, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bendiocarb   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen unter Rückfluß mit Dichlormethan  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat zur Trockne eindampfen, Rückstand umsetzen mit 1-Fluor-2,4-dinitrobenzol in Phosphatpufferlösung (pH 11) 20 Minuten bei 50 °C, Reaktionsmischung mit Hexan extrahieren |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2,4-Dinitrophenylether   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 5% DC 200 auf Chromosorb W-AW-DMCS   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 16%, n = 134) bei Zusätzen von 0,05 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,01 mg/kg   |

---

**Benfuracarb**

---

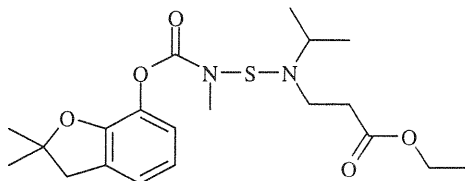
Methoden-Nr. 0837-B01

CAS-Nr. 82560-54-1

 $C_{20}H_{30}N_2O_5S$ 

M = 410,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H. Mori, M. Kobayashi, K. Yagi, M. Takahashi, T. Gondo, N. Umetsu  |
| <b>Zitat</b>                         | A High-Performance Liquid Chromatographic Method for Determination of Benfuracarb and Carbofuran Residues in Soil and Water, <i>J. Pesticide Sci.</i> <b>12</b> , 491-497 (1987) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Pesticide and Biological Science Research Laboratories, Otsuka Chemical Co., Ltd., Satoura-cho, Naruto 772, Japan  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Benfuracarb  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Lehm, Ton, sandiger Lehm, toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Acetonitril unter Zusatz von Silbernitrat  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser-Dichlormethan, Säulenchromatographie Kieselgel und <i>n</i> -Hexan/Ethylacetat   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Benfuracarb  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Zorbax ODS, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (13:7 v/v)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 5,8%, n = 15) bei Zusätzen von 0,1 - 15 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Benomyl**

---

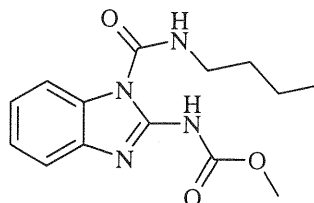
Methoden-Nr. 0261-B01

CAS-Nr. 17804-35-2

 $C_{14}H_{18}N_4O_3$ 

M = 290,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | F. M. Brookey, C. D. Crowe, M. E. McNally   |
| <b>Zitat</b>                         | A High-Performance Liquid Chromatographic Method for the Determination of Benomyl (as MBC), MBC, and 2-AB Residues in Soil, AMR-1894-90 (29. April 1991)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Agricultural Products, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA und Morse Laboratories, Inc., Sacramento, California, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Benomyl sowie Metabolite Carbendazim und 2-Aminobenzimidazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Ton, schluffiger Lehm, sandiger Lehm, Sand, Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mehrfache Extraktion mittels Acetonitril/NH <sub>3</sub> aq. (9:1 v/v) und Zentrifugation   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Phase (unterschiedliche pH-Werte) und organischer Phase (Hexan)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Benomyl und Carbendazim summarisch als Carbendazim, 2-Aminobenzimidazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Zorbax CN, mobile Phase: 8% Acetonitril in 0,05 M Natriumdihydrogenphosphat bei pH 3,5   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Benomyl: 84% (v = 14%, n = 272) 2-Aminobenzimidazol: 84% (v = 17%, n = 86) bei Zusätzen entsprechend 0,05 – 500 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Zusätzliche Versuche zur Ermittlung von Wiederfindungsraten unter Verwendung radioaktiver Prüfsubstanzen bestätigen obengenannte Werte; Bestimmung von Carbendazim s. Methode Nr. 0378-B01.             |

**Bentazon**

Methoden-Nr. 0335-B01

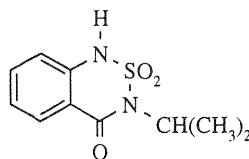
Bentazon

CAS-Nr. 25057-89-0

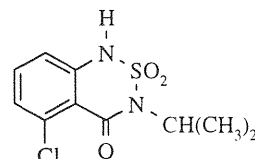
$C_{10}H_{12}N_2O_3S$

M = 240,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,57 g/l



Bentazon



8-Chlorobentazon

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | C. Mackenroth  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of 8-Chloro-bentazon and Bentazon in Soil by Gas Chromatography, BASF-Report No 3411, Reg. Doc. BASF 93/10351 (16. April 1993)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Ecology and Environmental Analytics, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bentazon, 8-Chlorobentazon (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmiger Sand, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit 10%iger Lösung von Methyljodid in Dichlormethan und Tetrabutylammoniumhydrogensulfatlösung in Natronlauge  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Ansäuern Dichlormethanlösung einengen und Rückstand in Toluol lösen, Reinigung über eine Florisilsäule unter Verwendung von Toluol/MTBE (70:30 v/v) als Eluent, Überführung in Methanol |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-Methylderivate   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillare WCOT DB-5, Split-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Bentazon: 96% (v = 10%, n = 20),<br>8-Chlorobentazon: 73% (v = 12%, n = 20) bei Zusätzen von 0,01 bzw. 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Bentazon**Methoden-Nr. 0335-B02

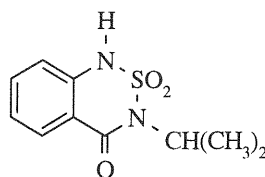
---

CAS-Nr. 25057-89-0

 $C_{10}H_{12}N_2O_3S$ 

M = 240,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,57 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Bentazon, 8-Hydroxybentazon (Metabolit A), 6-Hydroxybentazon (Metabolit B), Gaschromatographische Bestimmung, Methode Nr. 118 (April 1977)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bentazon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Entfernung des Methanols im Vakuumrotationsverdampfer Umsetzung mit Diazomethan, Lösung wiederum im Vakuumrotationsverdampfer zur Trockne einengen und Rückstand in Toluol lösen, Reinigung über eine Florisilsäule unter Verwendung von Toluol/Diethylether (7:3 v/v) als Eluent, Überführung in Methanol |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-Methylbentazon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Filter), Glassäule 3% OV-17 (alternativ 3% Dextsil 400 oder 1% Versamid 900) auf Gas-Chrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 - 90% bei Zusätzen von 0,02 - 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Bentazon in Wasser bzw. Bentazon und den Metaboliten 8-Hydroxybentazon und 6-Hydroxybentazon in Pflanzenmaterial   |

---

**Bentazon**Methoden-Nr. 0335-B03

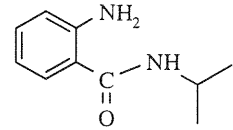
---

Metabolit Anthranilsäure-isopropylamid (AIBA)

 $C_{10}H_{14}N_2O$ 

M = 178,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,9 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | W. Keller  |
| <b>Zitat</b>                         | Anthranilsäure-isopropylamid (AIBA), HPLC-Bestimmung mit Fluoreszenzdetektion, Methode Nr. 252 (Juni 1986)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Anthranilsäure-isopropylamid (AIBA)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol/25%ige Ammoniaklösung (90:10 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE der wäßrigen Extrakte (pH 9) auf Octadecylsäule unter Verwendung von Acetonitril/Triethylamin (99:1 v/v) als Eluent                            |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Anthranilsäure-isopropylamid (AIBA)  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 310 nm, Emission 410 nm), stationäre Phase: Nucleosil Octadecyl, mobile Phase: Wasser/Acetonitril/Triethylamin (65:35:0,1 v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 102% (v = 4%, n = 8) bei Zusätzen von 0,005 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Anthranilsäure-isopropylamid (AIBA) in Wasser   |

---

**Bifenox**Methoden-Nr. 0537-B01

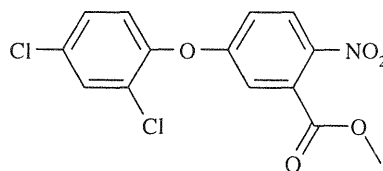
---

CAS-Nr. 42576-02-3

 $C_{14}H_9Cl_2NO_5$ 

M = 342,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,36 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stefes Pflanzenschutz   |
| <b>Autor</b>                         | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>                         | Bifenox and Metabolite (Free Acid of Bifenox), Validation of an Analytical Method for Determination in Soil, PR94/004 (1. August 1994)              |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bifenox, Bifenoxsäure (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Bifenox: Methanol unter Verwendung von Ultraschall,<br>Säure: 2% HCl in Methanol unter Verwendung von Ultraschall                                   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säure: Reinigung über Extrelutsäule, Veresterung mit Diazomethan; Reinigung des entstandenen Esters bzw. des originären Bifenox über Kieselgelsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bifenox   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare OV1, On-Column-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Bifenox: 98% (v = 5%, n = 10)<br>Säure: 89% (v = 8%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 – 5,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Bifenox**

---

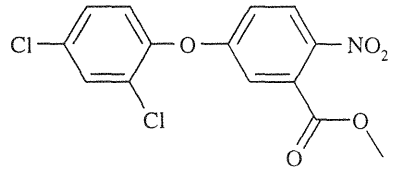
Methoden-Nr. 0537-B02

CAS-Nr. 42576-02-3

 $C_{14}H_9Cl_2NO_5$ 

M = 342,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,36 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | D. R. Gerecke  |
| <b>Zitat</b>                         | Rhône-Poulenc Analytical Method Number 177, Determination of Bifenox in Soil by Electron Capture Gas Chromatography, ASD No. 85/137 (Mai 1985)                           |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rhône-Poulenc Inc. Agrochemical Division, Agrochemical Science Department (ASD), Monmouth Junction, New Jersey, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bifenox  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmiger Sand, sandiger Lehm, Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Wasser/Acetonitril (10:90 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Hexan und wäßriger Natriumsulfatlösung, chromatographische Reinigung auf Florisilsäule unter Verwendung von Ethylacetat/Petrolether (10:90 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bifenox  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 3% SP 2250 auf Supelcoport   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% (v = 8%, n = 30) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,005 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bestätigung der Ergebnisse durch Scintillationsmessungen unter Verwendung von $^{14}C$ -Bifenox.   |



---

**Bitertanol**Methoden-Nr. 0613-B01

---

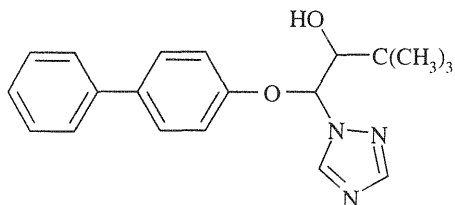
Gemisch Diastereomere A und B

CAS-Nr. 70585-36-3 (70585-38-5)

 $C_{20}H_{23}N_3O_2$ 

M = 337,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,9 (1,6) mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | R. Brennecke   |
| <b>Zitat</b>                         | Bitertanol, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 613, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1987, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim               |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Pflanzenschutzzentrum Monheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bitertanol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mit Methanol/Wasser (7:3 v/v) unter Rückfluß kochen (4 h)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen und an Kieselgelsäule unter Verwendung von Cyclohexan/Essigsäureethylester als Eluent reinigen, nachfolgend Gelchromatographie |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bitertanol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 3,8% SE-30 auf Chromosorb W-HP bzw. 1,5% SP-2250 + 1,95% SP-2401 auf Supelcoport   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (n = 14) bei Zusätzen von 0,05 bzw. 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Mit den angegebenen Trennsäulen erfolgt keine Trennung der Diastereomeren.   |

---

**Bitertanol**Methoden-Nr. 0613-B02

---

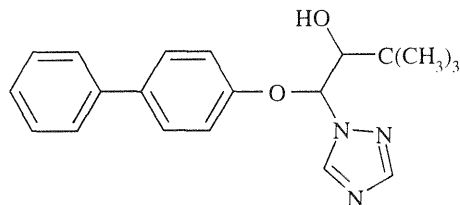
Gemisch Diastereomere A und B

CAS-Nr. 70585-36-3 (70585-38-5)

 $C_{20}H_{23}N_3O_2$ 

M = 337,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,9 (1,6) mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | R. Brennecke  |
| <b>Zitat</b>                         | Bitertanol, Hochdruck-flüssigchromatographische Bestimmung, Methode 613-A, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim         |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Pflanzenschutz-zentrum Monheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bitertanol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, Pisserfeld, Laacherhof)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mit Methanol/Wasser (7:3 v/v) unter Rückfluß kochen (4 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen, SPE an Einweg-Extraktionssäule Chem Elut 20100 bzw. CE 2050 unter Verwendung von Cyclohexan/ Essigsäureethylester (85:15 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bitertanol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 254 nm, Emission 322 nm), stationäre Phase: LiChrospher RP 18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (55:45 v/v)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 81 - 107% (n = 24) bei Zusätzen von 0,01 bzw. 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Mit der angegebenen Trennsäule erfolgt keine Trennung der Diastereomeren.   |

---

**Bitertanol**Methoden-Nr. 0613-B03

---

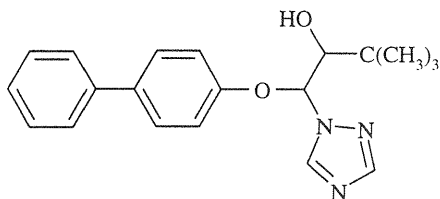
Gemisch Diastereomere A und B

CAS-Nr. 70585-36-3 (70585-38-5)

 $C_{20}H_{23}N_3O_2$ 

M = 337,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,9 (1,6) mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | I. Takase, Y. Yoshimoto   |
| <b>Zitat</b>                         | Residues of KWG 0599 in Upland Soils under Laboratory and Field Conditions, Report No. 1134 RA (5. Dezember 1980)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Residue Analysis Laboratory, Agricultural Chemicals Institute, Nihon Tokushu Noyaku Seizo, Japan  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bitertanol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (8:2 v/v) bei 40 °C im Ultraschallbad (1 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, nach Zusatz von NaCl wiederholt mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen, Rückstand in Aceton/Wasser (8:2 v/v) aufnehmen, Reinigung an Kieselgel-Säule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bitertanol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 2% OV-101 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 101% (v = 5%, n = 16) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Eine Diastereomerentrennung ist mit der stationären Phase Ultrabond 20M auf Chromosorb W-HP möglich.  |

---

**Brodifacum**

---

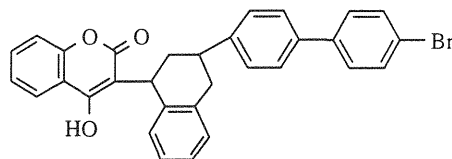
Methoden-Nr. 0683-B01

CAS-Nr. 56073-10-0

 $C_{31}H_{23}BrO_3$ 

M = 523,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,24 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | K. G. Koubek  |
| <b>Zitat</b>                         | Brodifacum: Soil Extractability Study, TMU0436/A (20. März 1979)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Americas Inc., Agricultural Chemicals Division, Research and Development Department                               |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Brodifacum  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmgiger Sand, sandiger Lehm, toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kaltextraktion mit Methanol/Chloroform (30:70 v/v) 5 Min. im Mixer  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung mittels Gelchromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit 15% Dichlormethan in Cyclohexan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Brodifacum  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: $\mu$ Porasil, mobile Phase: Cyclohexan/Dichlormethan/Eisessig (75:25:0,6 v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% ( $v = 2\%$ , $n = 17$ ) bei Zusätzen von 0,04 – 10 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Bromadiolon**Methoden-Nr. 0618-B01

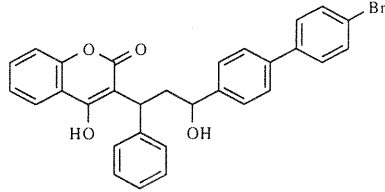
---

CAS-Nr. 28772-56-7

 $C_{30}H_{23}BrO_4$ 

M = 527,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 16 mg/l (pH 7)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | J. Moede  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Bromadiolone in Soil by HPLC, Schering Report UPSR 48/49 - PA 128 155.5/14 (28. August 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Pflanzenschutz, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bromadiolon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2 und 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion mit Methanol 1 h   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säulenchromatographie (Kieselgel, Toluol/Methanol 1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bromadiolon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Nucleosil 10 µm C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser/Orthophosphorsäure (75:25:0,5 v/v)                       |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,06 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 9%, n = 23) bei Zusätzen von 0,06 - 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,01 mg/kg  |

## Bromoxynil

Methoden-Nr. 0264-B01

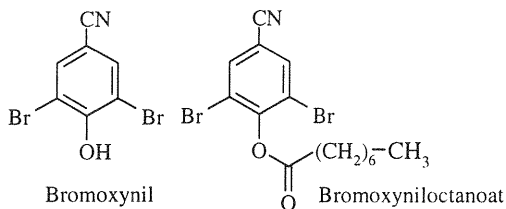
Bromoxynil (Bromoxyniloctanoat)

CAS-Nr. 1689-84-5 (1689-99-2)

$C_7H_3Br_2NO$  ( $C_{15}H_{17}Br_2NO_2$ )

M = 276,9 (403,1) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 130 (0,03) mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | G. Fuchsbichler   |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Ioxynil- und Bromoxynil-Rückständen sowie der entsprechenden Octanoate im Boden (15. Dezember 1987)          |
| <b>Prüflabor</b>                     | Technische Universität München, Bayer. Hauptversuchsanstalt Freising/Weihenstephan  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bromoxynil, Bromoxyniloctanoat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (16 h) mit Methanol und konz. Ammoniak  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit Diazomethan, Überführung in Hexan, Reinigung über Kieselsäuresäule unter Verwendung von Ethylacetat/Hexan (50:50 v/v) als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bromoxynilmethylether   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 1,5% OV 17 + 1,95% OV 210 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Bromoxynil: 79% (v = 10%, n = 7) bei Zusätzen von 0,05 – 10 mg/kg,<br>Bromoxyniloctanoat: 78% (v = 12%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 – 15 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Ioxynil (s. 0212-B01)  |

## Bromoxynil

Methoden-Nr. 0264-B02

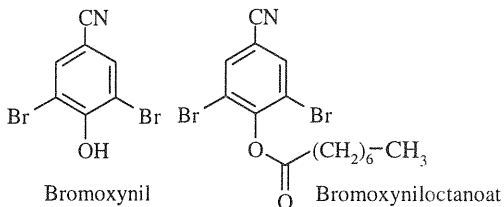
Bromoxynil (Bromoxyniloctanoat)

CAS-Nr. 1689-84-5 (1689-99-2)

$C_7H_3Br_2NO$  ( $C_{15}H_{17}Br_2NO_2$ )

$M = 276,9$  (403,1) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 130 (0,03) mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H.-G. Nolting, J. Siebers, M. Blacha-Puller  |
| <b>Zitat</b>                         | Bromoxynil, Ioxynil, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 264-(212), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 10. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bromoxynil, Bromoxyniloctanoat   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit methanolischer Kalilauge, Filtrat mit Wasser versetzen und im Rotationsverdampfer einengen   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Phase pH 1-2 und Dichlormethan, organische Phase im Rotationsverdampfer zur Trockne einengen, Rückstand in Methanol aufnehmen und mit Diazomethan umsetzen, SPE unter Verwendung einer Florisilsäule und <i>n</i> -Hexan/Toluol (2:8 v/v) als Eluent, Überführung in Isooctan |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bromoxynilmethylether  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare OV-1, On-Column-Injektion, alternativ Glassäule 7,5% DC-200 + 7,5% QF-1 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (68 – 99%) bei Zusätzen von Bromoxyniloctanoat von 0,05 – 10 mg/kg zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereichs wird mit 0,05 mg/kg angegeben.<br>Methode auch geeignet zur Bestimmung von Ioxynil (s. 0212-B03)   |

---

**Bromuconazol**Methoden-Nr. 0879-B01

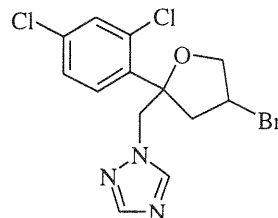
---

CAS-Nr. 116255-48-2

 $C_{13}H_{12}BrCl_2N_3O$ 

M = 377,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 81,7 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | M. Guillet   |
| <b>Zitat</b>                         | LS860263, Analytical Method for the Determination of its Residues in Soil, AG/CRLD/AN/8915490 (22. März 1989)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rhône-Poulenc, Centre de Recherche de la Dargoire, Lyon, Frankreich  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bromuconazol (Gemisch zweier Diastereomere)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger toniger Lehm, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Macerieren mit Aceton unter Zusatz von Wasser und Hyflo-Supercel  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Filtrate einengen, Reinigung des wäßrigen Extraktes mittels SPE unter Verwendung von Extrelut-20-Kartusche und Dichlormethan/Hexan (60:40 v/v), anschließend weitere Reinigung auf Florisil-Säule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bromuconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 3% OV-17 auf Chromosorb WHP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% (v = 4%, n = 7) bei Zusätzen von 0,005 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 5 µg/kg  |



**Bromuconazol**

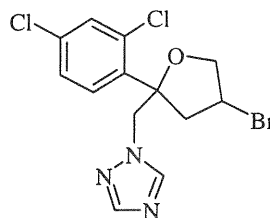
Methoden-Nr. 0879-B02

CAS-Nr. 116255-48-2

C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>BrCl<sub>2</sub>N<sub>3</sub>O

M = 377,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 81,7 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Bromuconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Bromuconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 7%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

**Buprofezin**Methoden-Nr. 0847-B01

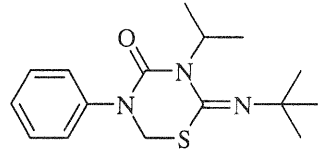
---

CAS-Nr. 69327-76-0

 $C_{16}H_{23}N_3OS$ 

M = 305,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,9 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | W. Andre   |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Buprofezin in Böden (7. April 1987) mit Ergänzung vom 3. Juli 1990                                |
| <b>Prüflabor</b>                     | Landwirtschaftliche Untersuchungs- und Forschungsanstalt Speyer  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Buprofezin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmiger Sand, schluffiger Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte einengen, nach Zugabe von Natriumsulfat-lösung Verteilung in Dichlormethan, organische Phase in Aceton aufnehmen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Buprofezin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Modus), Megabore-Kapillare HP-1  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 9%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 – 10,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,03 mg/kg   |

---

**Butocarboxim**Methoden-Nr. 0391-B01

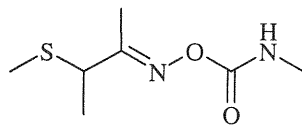
---

CAS-Nr. 34681-10-2

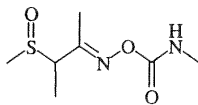
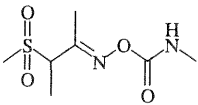
 $C_7H_{14}N_2O_2S$ 

M = 190,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 35 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Wacker Chemie  |
| <b>Autor</b>                         | A. Ruhmann   |
| <b>Zitat</b>                         | Methodenentwicklung zur Rückstandsuntersuchung von Bodenproben auf Butocarboxim und die Metabolite Butocarboxim-sulfoxid und Butocarboxim-sulfon, Projekt-Nr. 915030158 (27. September 1991)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BioChem GmbH, Karlsruhe  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Butocarboxim, Butocarboxim-sulfoxid, Butocarboxim-sulfon   |
|                                      |    |
|                                      | Butocarboxim-sulfoxid                      Butocarboxim-sulfon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (toniger Schluff, sandiger toniger Schluff)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol (0,5 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von Einwegkartuschen mit C18-Material und Methanol/Wasser (2:1 v/v) als Elutionsgemisch   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | (1-Hydroxyethylthio)2-methylisoinol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 339 nm, Emission 445 nm), stationäre Phase: Nucleosil 5-C18, mobile Phase: Methanol/Acetonitril (80:20), Nachsäulenderivatisierung: alkalische Hydrolyse und anschließende Umsetzung mit <i>o</i> -Phthaldialdehyd und 2-Mercaptoethanol |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84% (v = 8%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 mg/kg bzw.<br>96% (v = 8%, n = 4) bei Zusätzen von 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht auftreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Butoxycarboxim (Butocarboxim-sulfon) siehe Meth.-Nr. 0345-B01  |

---

**Butocarboxim**Methoden-Nr. 0391-B02

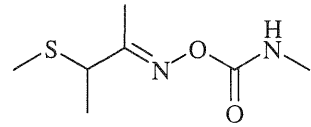
---

CAS-Nr. 34681-10-2

 $C_7H_{14}N_2O_2S$ 

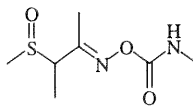
M = 190,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 35 g/l

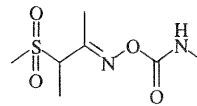


---

|                     |   |
|---------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b> | Wacker Chemie   |
| <b>Autor</b>        | W. Schmidt-Sody   |
| <b>Zitat</b>        | Analysenmethode zur Bestimmung von Butocarboxim und seinen Metaboliten Butocarboxim-sulfoxid und Butoxycarboxim in Pflanzenmaterial, Erde und Wasser, UB 1983 DrSy/vK (22. Dezember 1983) |
| <b>Prüflabor</b>    | Wacker-Chemie GmbH, München   |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Butocarboxim, Butocarboxim-sulfoxid, Butoxycarboxim   |



Butocarboxim-sulfoxid



Butocarboxim-sulfon

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Behandlung mit Methanol im Ultra-Turrax   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Trennung des Butocarboxim von seinen Metaboliten durch Verteilung in Wasser/Toluol, Überführung der Metabolite aus der wäßrigen Phase in Chloroform, durch Kochen mit methanolischer NaOH Umsetzung von sowohl Butocarboxim sowie Butocarboxim-sulfoxid und Butoxycarboxim zu N-Methylcarbaminsäure-methylester |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-Methylcarbaminsäure-methylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule gefüllt mit 20% Carbowax 20 M + 2% KOH auf Chromosorb WAW DCMS  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 76% bei Zusätzen von 0,02 – 10,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Butoxycarboxim siehe Meth.-Nr. 0345-B02   |

## Butoxycarboxim

Methoden-Nr. 0345-B01

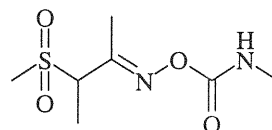
Synonym Butocarboxim-sulfon

CAS-Nr. 34681-23-7

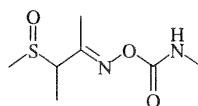
$C_7H_{14}N_2O_4S$

M = 222,3 g/mol

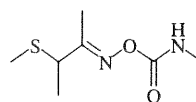
Wasserlöslichkeit (20 °C): 208 g/l



|                     |  |
|---------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b> | Wacker Chemie  |
| <b>Autor</b>        | A. Ruhmann   |
| <b>Zitat</b>        | Methodenentwicklung zur Rückstandsuntersuchung von Bodenproben auf Butocarboxim und die Metabolite Butocarboxim-sulfoxid und Butocarboxim-sulfon, Projekt-Nr. 915030158 (27. September 1991) |
| <b>Prüflabor</b>    | BioChem GmbH, Karlsruhe  |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Butoxycarboxim, Butocarboxim-sulfoxid, Butocarboxim  |



Butocarboxim-sulfoxid



Butocarboxim

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (toniger Schluff, sandiger toniger Schluff)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol (0,5 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von Einwegkartuschen mit C18-Material und Methanol/Wasser (2:1 v/v) als Elutionsgemisch   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | (1-Hydroxyethylthio)-2-methylisindol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 339 nm, Emission 445 nm), stationäre Phase: Nucleosil 5-C18, mobile Phase: Methanol/Acetonitril (80:20 v/v), Nachsäulenderivatisierung: alkalische Hydrolyse und anschließende Umsetzung mit <i>o</i> -Phthaldialdehyd und 2-Mercaptoethanol |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 3%, n = 4) bei Zusätzen entsprechend 0,05 mg/kg bzw. 99% (v = 2%, n = 4) bei Zusätzen entsprechend 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Butocarboxim siehe Meth.-Nr. 0391-B01  |

---

**Butoxycarboxim**

---

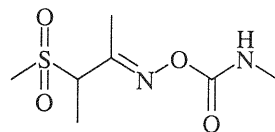
Methoden-Nr. 0345-B02

CAS-Nr. 34681-23-7

 $C_7H_{14}N_2O_4S$ 

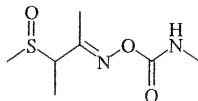
M = 222,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 208 g/l

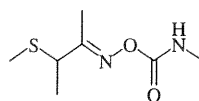


---

|                     |   |
|---------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b> | Wacker Chemie   |
| <b>Autor</b>        | W. Schmidt-Sody   |
| <b>Zitat</b>        | Analysenmethode zur Bestimmung von Butocarboxim und seinen Metaboliten Butocarboxim-sulfoxid und Butoxycarboxim in Pflanzenmaterial, Erde und Wasser, UB 1983 DrSy/vK (22. Dezember 1983) |
| <b>Prüflabor</b>    | Wacker-Chemie GmbH, München   |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Butoxycarboxim, Butocarboxim-sulfoxid, Butocarboxim   |



Butocarboxim-sulfoxid



Butocarboxim

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Behandlung mit Methanol im Ultra-Turrax  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Trennung des Butocarboxims von seinen Metaboliten durch Verteilung in Wasser/Toluol, Überführung der Metabolite aus der wäßrigen Phase in Chloroform, durch Kochen mit methanolischer NaOH Umsetzung von sowohl Butocarboxim als auch Butocarboxim-sulfoxid und Butoxycarboxim zu N-Methylcarbaminsäuremethylester |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-Methylcarbaminsäure-methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule gefüllt mit 20% Carbowax 20M + 2% KOH auf Chromosorb WAW DCMS  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 75% bei Zusätzen von 0,02 – 10,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Butocarboxim siehe Meth.-Nr. 0391-B02  |

---

**Captan**Methoden-Nr. 0012-B01

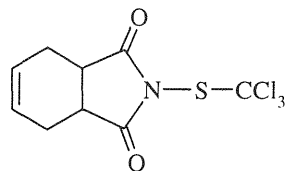
---

CAS-Nr. 133-06-2

 $C_9H_8Cl_3NO_2S$ 

M = 300,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 5,1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H.-G. Nolting, H. Köhle, J. Siebers, M. Blacha-Puller  |
| <b>Zitat</b>                         | Phthalimid-Verbindungen, Gaschromatographische Bestimmung, Methode S 26, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 10. Lieferung 1989 VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Captan   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Hexan  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Florisil-Kartusche, Elution mit Hexan/Aceton (4:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Captan   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule OV-1   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Carbendazim**

---

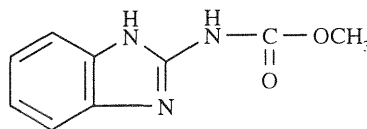
Methoden-Nr. 0378-B01

CAS-Nr. 10605-21-7

 $C_9H_9N_3O_2$ 

M = 191,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 8 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | F. M. Brookey, C. D. Crowe, M. E. McNally   |
| <b>Zitat</b>                         | A High-Performance Liquid Chromatographic Method for the Determination of Benomyl (as MCB), MCB, and 2-AB Residues in Soil, Report No. AMR-1894-90 (29. April 1991)                                     |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Agricultural Products, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA and Morse Laboratories, Inc., Sacramento, California, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbendazim   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mehrfache Extraktion mit frisch zubereiteter Lösung Acetonitril/Ammoniak (9:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugate filtrieren und in Natriumphosphatpuffer pH 3,5 überführen, direkt zur HPLC oder Reinigung durch Verteilung mit Hexan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbendazim   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Zorbax CN, mobile Phase: 8% Acetonitril in 0,05 M Natriumdihydrogenphosphat pH 3,5   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84% (v = 8%, n = 36) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bestätigung der Wiederfindungsrate durch <sup>14</sup> C-markierte Verbindungen, Methode geeignet zur Bestimmung von Benomyl (s. Methode Nr. 0261-B01) und Metabolit 2-Aminobenzimidazol                |



---

**Carbetamid**Methoden-Nr. 0267-B01

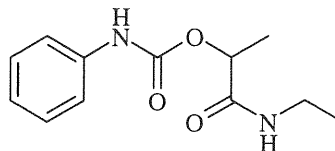
---

CAS-Nr. 16118-49-3

 $C_{12}H_{16}N_2O_3$ 

M = 236,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3,5 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | A. Kwasniok   |
| <b>Zitat</b>                         | Methodenentwicklung zur Rückstandsuntersuchung von Pflanzen- und Bodenproben auf Paradone Kombi/ Dimefuron + Carbetamid, Bericht 91 50 10 091 A (16. Dezember 1991) |
| <b>Prüflabor</b>                     | BioChem GmbH, Karlsruhe   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbetamid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmgiger Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol und nachfolgend Ultraschallbehandlung  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von C-18- Einwegkartuschen und Wasser/Acetonitril (1:1 v/v) als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbetamid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (233 nm), stationäre Phase: Nucleosil 120-5 C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser, Gradientenelution   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 3%, n = 14) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,005 mg/kg   |

---

**Carbetamid**

---

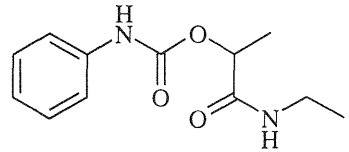
Methoden-Nr. 0267-B02

CAS-Nr. 16118-49-3

 $C_{12}H_{16}N_2O_3$ 

M = 236,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3,5 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | F. Kuhlmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Carbetamid, Dimefuron und Desmethyldimefuron (Hauptmetabolit) in Böden (28. April 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Institut Kuhlmann, Labor für Umweltanalytik, Lebensmittel- und Handelschemie, Ludwigshafen                                 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbetamid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger gesättigter Kochsalzlösung und Dichlormethan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbetamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (237 nm), stationäre Phase: Nucleosil 100 C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (33:67 v/v)                       |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 82% (v = 12%, n = 14) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Carbofuran**

---

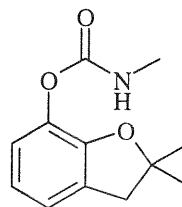
Methoden-Nr. 0344-B01

CAS-Nr. 1563-66-2

 $C_{12}H_{15}NO_3$ 

M = 221,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,32 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H. Mori, M. Kobayashi, K. Yagi, M. Takahashi, T. Gondo, N. Umetsu  |
| <b>Zitat</b>                         | A High-Performance Liquid Chromatographic Method for Determination of Benfuracarb and Carbofuran Residues in Soil and Water, <i>J. Pesticide Sci.</i> <b>12</b> , 491-497 (1987) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Pesticide and Biological Science Research Laboratories, Otsuka Chemical Co., Ltd., Satoura-cho, Naruto 772, Japan  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbofuran   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Lehm, Ton, sandiger Lehm, toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Acetonitril unter Zusatz von Silbernitrat  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser-Dichlormethan, Säulenchromatographie Kieselgel und <i>n</i> -Hexan/Ethylacetat   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbofuran   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Zorbax SIL, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (4:1 v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 3%, n = 15) bei Zusätzen von 0,1 - 15 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Carbofuran**

---

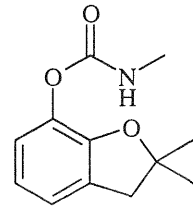
Methoden-Nr. 0344-B02

CAS-Nr. 1563-66-2

 $C_{12}H_{15}NO_3$ 

M = 221,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,32 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stähler   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Rückstandsanalysenmethode zur Bestimmung von Carbofuran und 3-Hydroxycarbofuran im Boden, RU 0887 (18. Juni 1987)                             |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stähler Agrochemie GmbH & Co. KG, Stade   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbofuran, 3-Hydroxycarbofuran (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 1 h Schütteln mit Methanol/Wasser (1:1 v/v) + 1 ml konz. Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Filtration Extraktion des Filtrats mit Dichlormethan, Säulenchromatographie unter Verwendung einer Florisilsäule und Propanol als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbofuran bzw. 3-Hydroxycarbofuran   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, WCOT Quarzkapillare CP-Sil-5 CB, Split-Injektion (1:10)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Carbofuran 0,05 mg/kg, 3-Hydroxycarbofuran 0,2 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Carbofuran 94% (v = 11%) bei Zusätzen von 0,05 mg/kg, 3-Hydroxycarbofuran 78% (v = 15%) bei Zusätzen von 0,2 mg/kg                            |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze   |

---

**Carbofuran**

---

Methoden-Nr. 0344-B03

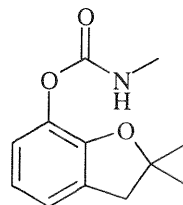
---

CAS-Nr. 1563-66-2

 $C_{12}H_{15}NO_3$ 

M = 221,3 g/mol

Wasserlöslichkeit(20 °C): 0,32 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | J. Siebers, H. Köhle, H.-G. Nolting   |
| <b>Zitat</b>                         | Carbosulfan, Carbofuran, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 658-(344), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbofuran  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zusatz von Wasser wiederholte Extraktion mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Filtrate mit NaCl versetzen und mit Hexan extrahieren, Reinigung auf Aktivkohle-Kieselgel-Säule unter Verwendung von Dichlormethan/Aceton/Toluol (10:2:2 v/v/v) als Eluent, anschließend Reinigung auf Florisilsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbofuran  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare HP-1, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 106% bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Überprüfung der Standardlösungen mindestens einmal pro Woche; Methode geeignet zur Bestimmung von Carbosulfan (Methoden-Nr. 0658-B01)   |

---

**Carbosulfan**

---

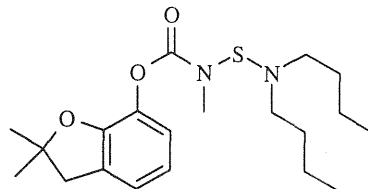
Methoden-Nr. 0658-B01

CAS-Nr. 55285-14-8

 $C_{20}H_{32}N_2O_3S$ 

M = 380,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,3 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | J. Siebers, H. Köhle, H.-G. Nolting   |
| <b>Zitat</b>                         | Carbosulfan, Carbofuran, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 658-(344), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carbosulfan   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zusatz von Wasser wiederholte Extraktion mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Filtrate mit NaCl versetzen und mit Hexan extrahieren, Reinigung auf Aktivkohle-Kieselgel-Säule unter Verwendung von Dichlormethan/Aceton/Toluol (10:2:2 v/v/v) als Eluent, anschließend Reinigung auf Florisilsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbosulfan   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare HP-1, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Überprüfung der Standardlösungen mindestens einmal pro Woche; Methode geeignet zur Bestimmung von Carbofuran (Methoden-Nr. 0344-B03)  |

---

**Carboxin**Methoden-Nr. 0269-B01

---

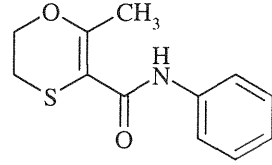
Synonym Vitavax

CAS-Nr. 5234-68-5

 $C_{12}H_{13}NO_2S$ 

M = 235,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 195 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | R. Baker, J. Howard, T. Johnson   |
| <b>Zitat</b>                         | Soil Residue Method for the Determination of VITAVAX, VITAVAX SULFOXIDE, and PLANTAVAX, Project No. 268, Report No. 1174 (27. Oktober 1988)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Pharmacology & Toxicology Research Laboratory, Lexington, Kentucky, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carboxin (Vitavax), Carboxin-sulfoxid (Vitavax-sulfoxid), Carboxin-sulfon (Plantavax)   |
|                                      | <br>Carboxin-sulfoxid   |
|                                      | <br>Carboxin-sulfon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von Sep-Pak C-18 und Methanol als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carboxin, Carboxin-sulfoxid, Carboxin-sulfon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Supelcosil LC-18, mobile Phase: Wasser/Acetonitril/Methanol, Gradientenelution   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Carboxin: 0,01 mg/kg; Carboxin-sulfoxid und -sulfon 0,005 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Carboxin: 79% (v = 7%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 - 0,05 mg/kg, Carboxin-sulfoxid: 85% (v = 10%, n = 12) und Carboxin-sulfon: 86% (v = 10%, n = 12) bei Zusätzen von jeweils 0,005 - 0,05 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Carfentrazone**

---

Methoden-Nr. 0927-B01

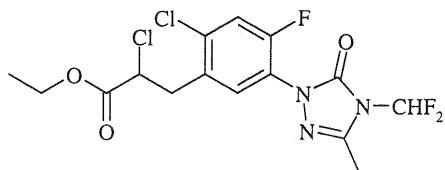
Carfentrazone-ethyl

CAS-Nr. 128639-02-1

 $C_{15}H_{14}Cl_2F_3N_3O_3$ 

M = 412,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,012 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | FMC Europe   |
| <b>Autor</b>                         | L. Mollard, M. Weidenauer  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of FMC 116426 and its Metabolites FMC 124161, FMC 097083, FMC 125151 and FMC 125165 in Soil and Ground Water – Validation of the Method – Report No. A-17-93-25 (12. Mai 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Battelle – Geneva Research Centres, Agrochemical Product Development, Caruoge/Geneva, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Carfentrazone-ethyl und Metaboliten  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser (8:2 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan, Methylierung mit Diazomethan, SPE an Kieselgel-Kartusche, Elution mit <i>n</i> -Hexan/Ethylacetat (8:2 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carfentrazone-ethyl, Metabolite als Methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SE-54, m/z 312 (Carfentrazone-ethyl), 326 (Carfentrazone)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 15%, n = 13) bei Zusätzen von 0,001 - 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |



---

**Chlorfenvinphos**Methoden-Nr. 0239-B01

---

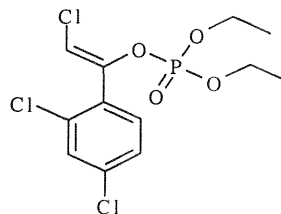
Isomergemisch Z und E ca. 8:1

CAS-Nr. 470-90-6

 $C_{12}H_{14}Cl_3O_4P$ 

M = 359,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 92 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | A. Keller   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of the Insecticide Chlorfenvinphos in Soil and Water Samples, REM 20/75 (17. November 1975) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Plant Protection Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorfenvinphos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton im Soxhlet (4 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | -   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorfenvinphos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Glassäule 3% OV-17 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 104% (v = 2%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

## Chlorfenvinphos

Methoden-Nr. 0239-B02

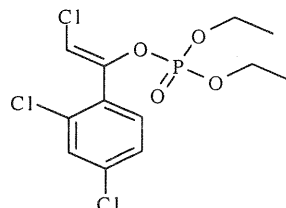
Isomerenmischung Z und E ca. 8:1

CAS-Nr. 470-90-6

$C_{12}H_{14}Cl_3O_4P$

M = 359,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 92 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | K. I. Beynon, L. Davies, K. Elgar, G. Stoydin  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysis of Crops and Soils for Residues of Diethyl-1-(2,4-dichloro-phenyl)-2-chlorovinyl Phosphate, Shell Agricultural Chemical Reprint Bir/M/1. Juli 1968 (aus J. Sci. Food Agric. 17, April 1967) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Woodstock Agricultural Research Centre, Sittingbourne, Kent, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorfenvinphos  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Schluff, Lehm, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit Aceton/Hexan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat zur Entfernung des Acetons mit Wasser waschen, Reinigung über Florisilsäule wird empfohlen   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorfenvinphos  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, z. B. 2% Phenyldiethanolamin-succinat auf Kieselgur  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,2 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 8%, n = 8) bei Zusätzen von 0,2 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,02 mg/kg   |

## Chlorflurenol

Methoden-Nr. 0275-B01

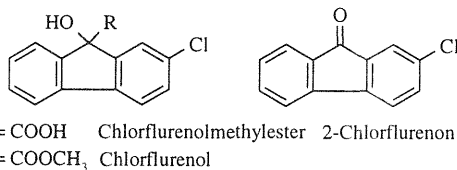
Chlorflurenol (Chlorflurenolmethylester)

CAS-Nr. 2464-37-1 (2536-31-4)

$C_{14}H_9ClO_3$  ( $C_{15}H_{11}ClO_3$ )

M = 260,6 (274,7) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): > 655 g/l (21 mg/l)



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | D. Eichler, W. Heupt   |
| <b>Zitat</b>                         | Chlorflurenol, Flurenol, Gaschromatographische Bestimmung, „Methode 275-(215), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1987, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Celamerck GmbH u. Co. KG, Chemische Pflanzenschutzforschung, Ingelheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorflurenolmethylester, Chlorflurenol, 2-Chlorflurenon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Ansäuern mit Schwefelsäure Extraktion mit Aceton im Mixer   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen Kochsalzlösung und Toluol, Verseifen des Esters durch Erhitzen mit Kalilauge, anschließend Decarboxylierung und Oxidation zu 2-Chlorflurenon durch Schütteln (1 h) mit Schwefelsäure, Chromtrioxidlösung und Petroleumbenzin, Reinigung durch Säulenchromatographie unter Verwendung von Aluminiumoxid/Florisil und Petroleumbenzin/Toluol (1:1 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2-Chlorflurenon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 1,5% OV-17 + 2% OV-210 auf Gas-Chrom Q   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 85% bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches liegt bei 0,02 mg/kg.<br>In den Handelsprodukten ist Chlorflurenol als Methylester enthalten, die Säure ist relativ instabil. Mit der Methode werden auch Flurenolbutylester und die entsprechenden Umwandlungsprodukte erfaßt.   |

---

**Chloridazon**Methoden-Nr. 0089-B01

---

Chloridazon (Metabolit B)

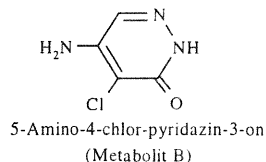
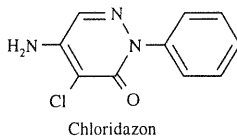
CAS-Nr. 1698-60-8

 $C_{10}H_8ClN_3O$  ( $C_4H_4ClN_3O$ )

M = 221,6 (145,6) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 340 (490) mg/l

---



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | W. Keller, S. Otto  |
| <b>Zitat</b>                         | Chloridazon (Pyrazon), Gaschromatographische bzw. hochdruck-flüssigchromatographische Bestimmung, Methode 89-A, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1987, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chloridazon, Metabolit A (Glucosid), Metabolit B  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zugabe von Methanol kochen unter Rückfluß (1 h) und Rühren, Teilung des Extraktes zur Bestimmung von Chloridazon und ggf. Metabolit A bzw. Metabolit B   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung für Chloridazon und Metabolit A: saure Hydrolyse des Glucosids, SPE an Extrelut-Säule unter Verwendung von Dichlormethan, Aluminiumoxidsäule, Elution mit Chloroform/Ethanol (98:2 v/v);<br>Reinigung für Metabolit B: Eluat der Extrelutsäule mittels Gelchromatographie (Sephadex LH-20/Methanol) und Kieselgelsäule, Elution mit Chloroform/Methanol (8:2 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chloridazon, Metabolit B  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | Chloridazon (Metabolit A): GC-ECD, Quarzkapillare SE-54<br>Metabolit B: HPLC-UVD (286 nm), HPLC Silica Spheri-5, Dichlormethan/Methanol/Triethylamin (940:60:1 v/v/v)   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Chloridazon: 98% (96 – 103%),<br>Metabolit B: 81% (73 – 91%) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches liegt bei 0,05 mg/kg. Die Chloridazonbestimmung schließt Erfassung von 5-(N-Glucosyl)-amino-4-chlor-2-phenylpyridazin-3-on (Metabolit A) ein.  |

## Chlormequat

Methoden-Nr. 0388-B01

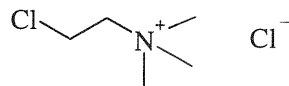
Chlormequatchlorid

CAS-Nr. 999-81-5

$C_5H_{13}Cl_2N$

$M = 158,1 \text{ g/mol}$

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1000 g/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stefes  |
| <b>Autor</b>                         | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>                         | Chlormequatchlorid – Validierung einer Analysenmethode zur Bestimmung von CCC in Boden mit einer Bestimmungsgrenze von 50 µg/kg (Überwachungsmethode), PR94/006 (28. Januar 1994)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlormequatchlorid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Salzsäure im Ultraschallbad (15 Min.)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Alkalisierete wäßrige Lösung nach Zusatz von EDTA mit Dichlormethan ausschütteln, wäßrige Phase mit Dipikrylamin versetzen und mit Dichlormethan extrahieren, organische Phase mit 1 M HCl extrahieren, getrockneten Rückstand mit Kaliumhydroxidlösung im gasdicht verschlossenen Zentrifugenglas bei 200 °C zersetzen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Acetylen  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FID, Trennung auf 30 m Kapillare GS-Q, Split 1:10  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84% ( $v = 12\%$ , $n = 12$ ) bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | $\leq 0,005 \text{ mg/kg}$  |

## Chlormequat

Methoden-Nr. 0388-B02

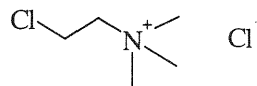
Chlormequatchlorid

CAS-Nr. 999-81-5

$C_5H_{13}Cl_2N$

M = 158,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): > 1000 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | A. Fegert  |
| <b>Zitat</b>                         | Ionenchromatographische Methode zur Bestimmung von Chlormequatchlorid in Boden, BASF-Bericht Nr. 3023, Reg.Doc. BASF 90/10200 (19. Dezember 1990)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Produktsicherheit Pflanzenschutz Umweltchemie, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlormequatchlorid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Aceton/Salzsäure   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Flüssig-flüssig-Verteilung Salzsäure/Dichlormethan, alkalisierte wäßrige Phase mit Dipikrylamin in Dichlormethan extrahieren, organische Phase mit 2 M Salzsäure extrahieren, salzsaure wäßrige Phase trocknen bis zur vollständigen Entfernung von HCl-Resten, nach Aufnahme des Rückstandes in Aceton/Dichlormethan Reinigung unter Verwendung einer Aluminiumoxid-Säule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlormequat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | IC, Leitfähigkeitsdetektor, Säulenschaltung, Säule 1: IonPac NG1 Guard, Säule 2: MPIC-NS (Dionex), mobile Phase: 2 mM Hexansulfonsäure mit 3% Acetonitril in Wasser  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 78% (v = 8,3%, n = 10) bei Zusätzen von 0,01 bzw. 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze gemäß Kontrollchromatogramm  |

---

**Chlormequat**

---

Methoden-Nr. 0388-B03

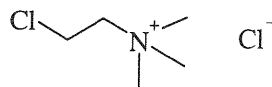
Chlormequatchlorid

CAS-Nr. 999-81-5

 $C_5H_{13}Cl_2N$ 

M = 158,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1000 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | F. Mayer  |
| <b>Zitat</b>                         | Cycocel (Chlorcholinchlorid, Chlormequatchlorid, CCC) - Gaschromatographische Bestimmung, Methode Nr. 146 mit Ergänzung 146/2 (April 1979 und August 1986)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlormequatchlorid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1 und 2.2)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) einer neutralisierten wäßrigen Suspension mit Dipikrylamin in Dichlormethan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Organische Phase mit Salzsäure extrahieren, salzsaure wäßrige Phase einengen, nach Aufnahme des Rückstandes in Methanol/ Wasser Fällung mit Aceton, Reinigung des Filtrates unter Verwendung einer Aluminiumoxid-Säule, Derivatisierung durch Umsetzung mit Natrium-Thiophenat-Lösung 1 h bei 80 °C in verschlossenen Gefäßen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N,N-Dimethyl-2-(thiophenyl)-ethylamin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Modus), Glassäule mit 10% 1,4-Butandiolsuccinat auf Chromosorb WAW  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 72% (v = 17%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 bzw. 3 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Chlorphacinon**Methoden-Nr. 0238-B01

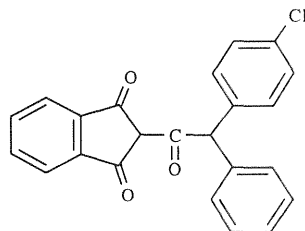
---

CAS-Nr. 3691-35-8

 $C_{23}H_{15}ClO_3$ 

M = 374,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,1 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | J. Moede   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Total Residues of Chlorophacinone in Soil by HPLC, Schering Report UPSR 42/86 – PA 88 031.51/14 (13. Januar 1987) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Agrochemical Division, PF-Environment, Product Safety and Registrations, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorphacinon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1 und 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln (0,5 h) mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung einer Kieselsäurekartusche und Aceton als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorphacinon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Nucleosil 10 GB 18, mobile Phase: Methanol/Wasser/Ammoniumhydroxid 40%ig in Wasser (550/450/0,5 v/v/v)                  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 11%, n = 41) bei Zusätzen von 0,1 – 10 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Bei Boden Speyer 2.1 im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten, bei Speyer 2.3 bis 0,04 mg/kg   |



---

**Chlorphacinon**Methoden-Nr. 0238-B02

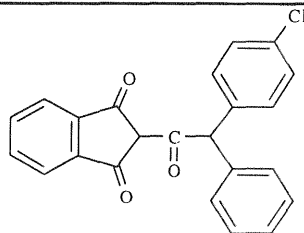
---

CAS-Nr. 3691-35-8

 $C_{23}H_{15}ClO_3$ 

M = 374,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 11 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | A. Medvedovici, F. David, P. Sandra   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of the rodenticides warfarin, diphenadione and chlorophacinone in soil samples by HPLC-DAD, Talanta <b>44</b> (1997), 1633-1640                         |
| <b>Prüflabor</b>                     | Department of Organic Chemistry, University of Gent   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorphacinon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Soxhlet mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Cyanopropyl SPE-Kartusche, Waschen mit Wasser/Acetonitril (9:1, mit 1% Phosphorsäure), Elution mit Aceton   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorphacinon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-DAD (310 nm), Hypersil ODS 5mm, Gradientenelution Wasser/Acetonitril (jeweils mit 0,5% Phosphorsäure)  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Nicht angegeben; Wiederholbarkeit: $v = 1,7\%$ , $n = 5$  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Für den Extraktionsschritt werden Wiederfindungsraten von 16% (1 h Extraktionsdauer) bis 89% (16 h) angegeben. |

---

**Chlorpropham**

---

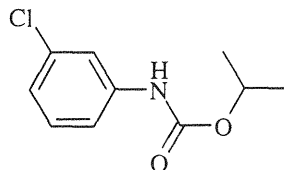
Methoden-Nr. 0021-B01

CAS-Nr. 101-21-3

 $C_{10}H_{12}ClNO_2$ 

M = 213,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 108 mg/l



---

|  |   |
|--|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Luxan   |
| <b>Autor</b>                             | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>                             | LUXAN GRO-STOP FOG AP-ZA 04255-00-00-H-WR/DV<br>(Juni 1996)   |
| <b>Prüflabor</b>                         | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Chlorpropham  |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden (Speyer 2.2)  |
| <b>Extraktion</b>                        | Aceton/Wasser (10:4 v/v unter Berücksichtigung des Wasser-<br>gehaltes der Probe) im Ultraschallbad                   |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Nach Zusatz von NaCl und Dichlormethan zum Extrakt Verteilung,<br>organische Phase über Mini-Kieselgel-Säule reinigen |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Chlorpropham  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | GC-MS (m/z 127 + 213), Kapillare OV-1, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 81% (v = 9%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 4,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                        | Nicht aufgetreten   |

---

**Chlorpyrifos**Methoden-Nr. 0363-B01

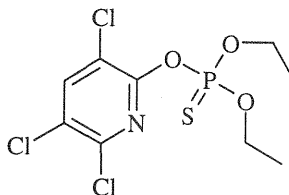
---

CAS-Nr. 2921-88-2

 $C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$ 

M = 350,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,1 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | J. H. Wetters   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Chlorpyrifos (O,O-Diethyl-O-(3,5,6-trichloro-2-pyridyl)phosphorothioate) in Soils by Gas Chromatography, ACR 77.7 (28. April 1977) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dow Chemical, Midland, Mich., USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorpyrifos  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Entfernen des Acetons Verteilung in Wasser/Hexan, Reinigung der organische Phase über Kieselgel-Säule  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorpyrifos  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (P-Modus), OV-17 + QF-1 (gemischt) 11% auf Gas-Chrom Q   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 3%, n = 16), bei Zusätzen von 0,01 – 10,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

## Chlorpyrifos

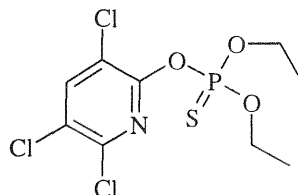
Methoden-Nr. 0363-B02

CAS-Nr. 2921-88-2

C<sub>9</sub>H<sub>11</sub>Cl<sub>3</sub>NO<sub>3</sub>PS

M = 350,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenprothrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorpyrifos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorpyrifos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% (v = 14%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995)   |

---

**Chlorsulfuron**Methoden-Nr. 0664-B01

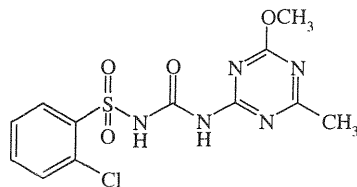
---

CAS-Nr. 64902-72-3

 $C_{12}H_{12}ClN_5O_4S$ 

M = 357,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,279 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley, P. A. deBernard, L. J. Mulcahey   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Thifensulfuron methyl, Metsulfuron methyl, Chlorsulfuron, Tribenuron methyl and DPX-KE459 in Soil, AMR 2480-92 (3. Oktober 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                             |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorsulfuron   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 100 mM Ammoniumcarbonat-Lsg., Mixer   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an C-18- und Kieselgel-Kartusche, jeweils Elution mit Ethylacetat versetzt mit 0,1% Eisessig (v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorsulfuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (245 nm), stationäre Phase: SB-Phenyl, Gradient: Acetonitril/Phosphatpuffer pH 2,7/pH 6,2  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 11%, n = 15) bei Zusätzen von 1 – 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Methode kann auch zur Bestimmung weiterer Sulfonylharnstoffe verwendet werden.  |

## Chlorthalonil

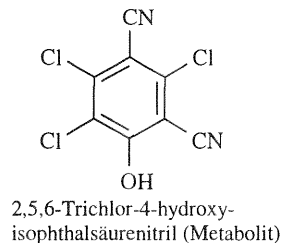
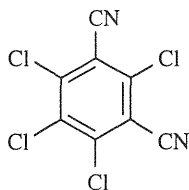
Methoden-Nr. 0276-B01

CAS-Nr. 1897-45-6

$C_8Cl_4N_2$

M = 265,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,6 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | R. Kenyon  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Procedure for the Determination of Residues of Tetrachloroisophthalonitrile (Chlorothalonil, SDS-2787) and 2,5,6-Trichloro-4-hydroxyisophthalonitrile (SDS-3701) in Soil (6. Dezember 1992)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ricerca, Inc., Department of Environmental Sciences, Painesville, Ohio, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlorthalonil, Metabolit   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit Aceton/5 M Schwefelsäure (95:5 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung des Extraktes mit Petrolether und Wasser, Reinigung über Florisilsäule, Bestimmung des Metaboliten in aliquotem Teil des sauren Extraktes nach Verteilungsschritt, Umsetzung mit Diazomethan, Reinigung über Aluminiumoxidsäule und Trennung über Kieselsäure-Sep-Pak |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlorthalonil, Metabolit als Methylether   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, alternativ gepackte Säulen und Kapillaren (DB-608, DB-210, DB-5)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,03 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Chlorthalonil: 96% (v = 3%, n = 6)<br>Metabolit: 106% (v = 8%, n = 6) bei Zusätzen von 0,03 – 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Chlortoluron**Methoden-Nr. 0279-B01

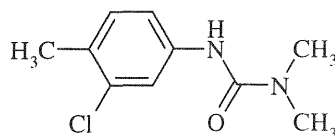
---

CAS-Nr. 15545-48-9

 $C_{10}H_{13}ClN_2O$ 

M = 212,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 70 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | W. Specht, H.-P. Thier  |
| <b>Zitat</b>                         | Organochlor- und Organophosphor-Verbindungen sowie stickstoffhaltige und andere Pflanzenschutzmittel, Methode S 19, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Laboratorium Dr. Specht und Dr. Winkelmann, Insitut für Rückstandsanalytik, Hamburg bzw. Arbeitsgruppe „Pestizide“ in der Fachgruppe „Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie“ der Gesellschaft Deutscher Chemiker   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Chlortoluron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Probe mit Aceton/Wasser (2:1 v/v unter Berücksichtigung des natürlichen Wassergehaltes der Probe) homogenisieren  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung nach Zusatz von NaCl und Dichlormethan, organische Phase vom Lösemittel befreien, Rückstand lösen und mittels Gelchromatographie (Elutionsbereich 115 – 150 ml) reinigen, anschließend weitere Reinigung auf Kieselgelsäule                              |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chlortoluron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Kapillare HP-17  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Keine Angaben   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 70% bei Zusätzen von 2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Clodinafop**Methoden-Nr. 0895-B01

---

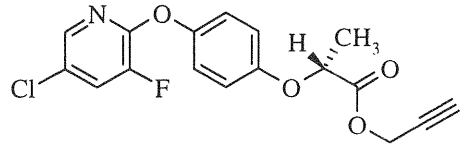
Clodinafop-propargyl

CAS-Nr. 105512-06-9

 $C_{17}H_{13}ClFNO_4$ 

M = 349,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,0 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | P. Mair, P. Litzler  |
| <b>Zitat</b>                         | CGA 184927 (Herbicide), CGA 185072 (Safener), Determination of Parent Compounds by HPLC, REM 138.12 (20. Dezember 1993)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Plant Protection Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clodinafop-propargyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Aceton/Wasser (4:1 v/v) und Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt mit NaCl-Lösung versetzen und mit Mischung Hexan/Diethylether extrahieren, SPE unter Verwendung von Kieselsäurekartusche und Hexan/Aceton (9:1 v/v) als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clodinafop-propargyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (226 nm), Säulenschaltung, stationäre Phase 1: Nucleosil-50, stationäre Phase 2: Nucleosil-NH2, mobile Phase 1: <i>n</i> -Hexan/Tetrahydrofuran (95:5 v/v), mobile Phase 2: <i>n</i> -Hexan/Tetrahydrofuran (90:10 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 104% (v = 10%, n = 8) bei Zusätzen von 0,005 und 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode geeignet zur Bestimmung von Cloquintocet (Safener)   |



---

**Clodinafop**Methoden-Nr. 0895-B02

---

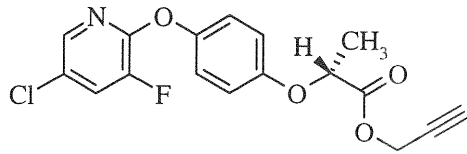
Clodinafop-propargyl

CAS-Nr. 105512-06-9

 $C_{17}H_{13}ClFNO_4$ 

M = 349,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 4,0 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clodinafop-propargyl  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clodinafop-propargyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 74% (v = 6%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995)                |

---

**Clofentezin**Methoden-Nr. 0641-B01

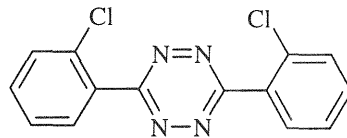
---

CAS-Nr. 74115-24-5

 $C_{14}H_8Cl_2N_4$ 

M = 303,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,0025 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | J. D. Manley, P. J. Snowdon   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Residues of Clofentezine in Soil, FBC Report Report Resid/85/113 (20. Dezember 1985)                        |
| <b>Prüflabor</b>                     | FBC Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden Essex, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clofentezin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Soxhlet-Extraktion (6 h) mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Phase und Hexan, SPE unter Verwendung einer Kieselsäure-Kartusche und Dichlormethan/Hexan als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clofentezin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (268 nm), stationäre Phase: Lichrosorb 10 NH <sub>2</sub> , mobile Phase: Hexan/Ethylacetat (85:15 v/v)                  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 12%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 – 0,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | 0,008 mg/kg im Kontrollchromatogramm  |

---

**Clofentezin**Methoden-Nr. 0641-B02

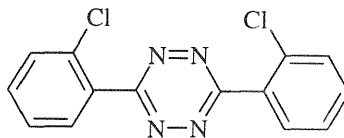
---

CAS-Nr. 74115-24-5

 $C_{14}H_8Cl_2N_4$ 

M = 303,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,0025 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | P. J. Snowdon   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Residues of NC 21314 in Soil, FBC Report Report Resid/81/39 (3. Juli 1981)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | FBC Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden Essex, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clofentezin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (0,5 h) mit Methanol/Dichlormethan (1:9 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Phase und Dichlormethan, SPE unter Verwendung einer Kieselsäure-Kartusche und Dichlormethan/Hexan als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clofentezin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (268 nm), stationäre Phase: Umkehrphase Varian Micropak MCH-10, mobile Phase: Methanol/Wasser                                    |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80% (v = 18%, n = 37) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |

---

**Clomazone**

---

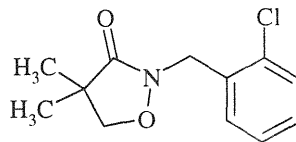
Methoden-Nr. 0864-B01

CAS-Nr. 81777-89-1

 $C_{12}H_{15}ClNO_2$ 

M = 239,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,1 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | FMC Europe N. V.  |
| <b>Autor</b>                         | S. Perczel, L. Mollard  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Clomazone (FMC 57020) in Soil, Validation of the Method, Battelle Study No. BE-A-17-91-03-BG (19. August 1992) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Battelle Europe, Geneva Research Centres, Product Registration & Evaluation, Genf, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clomazone   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, Speyer 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen (1 h) unter Rückfluß mit 0,25 M Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion des Filtrats mit Hexan, Waschen der organischen Phase mit Natriumbicarbonatlösung  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clomazone   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SIM (m/z 204), Kapillare HP 1, Split-Injektion (1:80)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% (v = 12%, n = 22) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Clomazone**

---

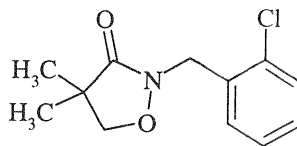
Methoden-Nr. 0864-B02

CAS-Nr. 81777-89-1

 $C_{12}H_{14}ClNO_2$ 

M = 239,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,1 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clomazone   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clomazone   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% (v = 11%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**Clopyralid**

---

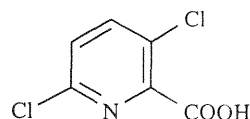
Methoden-Nr. 0446-B01

CAS-Nr. 1702-17-6

 $C_6H_3Cl_2NO_2$ 

M = 192,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,4 g/l (pH 1,8)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | E. M. Jones bzw. R. Teasdale  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Clopyralid Residues in Wheat Grain and Straw, Bericht DowElanco ERC 83.23 (November 1983) in Verbindung mit Doc. No. 5 Method ERC 83.23 modified - Determination of Clopyralid Residues in Soil (27. September 1993)         |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dow Chemical Company Ltd., Norfolk, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clopyralid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, sandiger Ton)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Macerieren mit Gemisch 20 ml 20%ige Natronlauge in 1 l Methanol, schütteln (2 h) und zentrifugieren   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Ansäuern des Zentrifugats mit Schwefelsäure Extraktion mit Diethylether, Überführung in wäßrige Bikarbonatlösung, erneute Extraktion mit Diethylether im sauren Milieu, Umsetzung mit <i>n</i> -Butanol/Schwefelsäure, Aufnahme in Hexan |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clopyralidbutylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare mit vernetztem Methylsilikon  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 78% (v = 17%, n = 14) bei Zusätzen von 0,01 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Clopyralid**

---

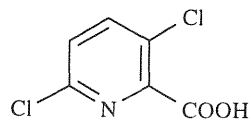
Methoden-Nr. 0446-B02

CAS-Nr. 1702-17-6

 $C_6H_3Cl_2NO_2$ 

M = 192,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,4 g/l (pH 1,8)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                         | E. M. Jones  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of 3,6-Dichloropicolinic Acid (Dowco 290) in Soil by Gas Chromatography, Bericht DowElanco 75.2 (Mai 1975) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dow Chemical Company Ltd., Norfolk, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Clopyralid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, sandiger Ton)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Macerisieren mit 0,25 M Natronlauge und zentrifugieren, nach Ansäuern des Zentrifugats mit Schwefelsäure Extraktion mit Diethylether |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit Diazomethan und Reinigung mittels saurer Aluminiumoxidsäule  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Clopyralidmethylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 10% OV-225 auf Diatomit CLQ  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,005 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 8,6%, n = 17) bei Zusätzen von 0,005 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,005 mg/kg  |

---

**Coumatetralyl**Methoden-Nr. 0026-B01

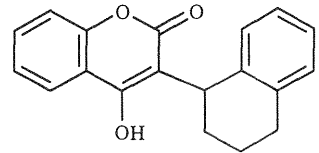
---

CAS-Nr. 5836-29-3

 $C_{19}H_{16}O_3$ 

M = 292,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 425 mg/l (pH 7)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur hochdruckflüssigchromatographischen Bestimmung des Rodentizids Racumin <sup>R</sup> in Boden und Wasser; RA-69/166B (14. Januar 1983)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institut für Metabolismusforschung und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Coumatetralyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (3:1 v/v) nach Zugabe von 0,5 ml konzentrierter Salzsäure   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, anschließend Überführung in 1 M Natronlauge, nach Ansäuern der wässrigen Phase Ausschütteln mit Dichlormethan; Reinigung an SEP-Pak-Kieselgelkartuschen, Elution mit Chloroform           |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Coumatetralyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (320 nm), stationäre Phase: $\mu$ -Bondapak-C-18, mobile Phase: Methanol/Wasser (1:1 v/v) und HPLC-FD, Anregung 310 nm, Emission 386 nm, stationäre Phase: $\mu$ -Bondapak-C-18, mobile Phase: Methanol/Wasser (6:4 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | UVD: 85% (v = 14%, n = 16) bei Zusätzen von 0,1 bis 1,0 mg/kg<br>FD: 88% (v = 7%, n = 6) bei Zusätzen von 0,1 bis 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | UVD: Störungen bei Rückständen bis 0,1 mg/kg möglich;<br>FD: keine Störungen beobachtet   |



---

**Cyanamid**Methoden-Nr. 0280-B01

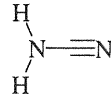
---

CAS-Nr. 6420-04-2

 $\text{CH}_2\text{N}_2$ 

M = 42,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 850 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | SKW Trostberg  |
| <b>Autor</b>                         | P. Ourisson  |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of Method T 89052 in Soil, Biospherics Study No. B9107-FV2 (14. Januar 1992)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biospherics Inc., Beltsville, Maryland, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmiger Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol/Wasser  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung einer Extraktionssäule Chem Elut 2050 und Ethylacetat als Eluent, Umsetzung mit 1,2-Naphthochinon-4-sulfonsäure 15 Min. bei pH 9,0 – 10,5 und 60 °C, Extraktion mit Dichlormethan in Gegenwart von Tetrabutylammoniumsulfat |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 4-Cyanimido-1,2-naphthochinon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC, variabler Wellenlängendetektor (485 nm), stationäre Phase: Zorbax C8, mobile Phase: Lösungsmittelgemisch von Methyltrioctylammoniumchlorid in Methanol und Dinatriumhydrogenphosphat/Natriumdihydrogenphosphat in Wasser                   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,025 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 81% (v = 9%, n = 8) bei Zusätzen von 0,025 – 0,25 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Cycloxydim**

---

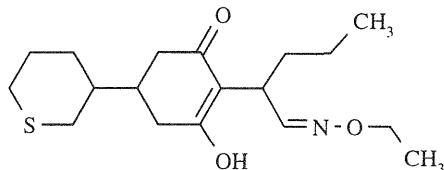
Methoden-Nr. 0811-B01

CAS-Nr. 101205-02-1

 $C_{17}H_{27}NO_3S$ 

M = 325,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 38 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | P. Beutel   |
| <b>Zitat</b>                         | BAS 517 H, HPLC-Bestimmung, Methode Nr. 229 (Januar 1985)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cycloxydim  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Wasser in Gegenwart von Zinn(II)chlorid und Calciumhydroxid   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säulenchromatographie unter Verwendung einer Kombination chemisch modifizierter Kieselgelsäulen (Phenyl und Amino) und Acetonitril/Ameisensäure (95:5 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cycloxydim  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (265 nm), stationäre Phase: CN 5 $\mu$ , mobile Phase: Acetonitril/ <i>n</i> -Hexan (1,5:0,5 v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80% (3,7%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,05 mg/kg  |

---

**Cyfluthrin**Methoden-Nr. 0678-B01

---

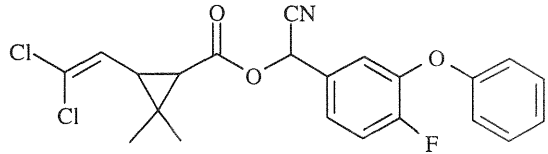
Gemisch aus 4 diastereomeren Enantiomerenpaaren

CAS-Nr. 68359-37-5

 $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$ 

M = 434,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,002 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung der Wirkstoffe Cyfluthrin und Beta-Cyfluthrin in Boden, RA-498/90 (5. März 1990)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Forschung, Umweltforschung, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyfluthrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit <i>n</i> -Hexan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen der vereinigten Extrakte mit nachfolgender Reinigung über eine Florisilsäule unter Verwendung von Toluol/Aceton (99:1 v/v) als Eluent                             |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cyfluthrin, als Summe der Isomere  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare Ultra 1, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,4 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Isomer 1: 95% (v = 18%, n = 44)<br>Isomer 2: 100% (v = 19%, n = 36)<br>Isomer 3: 91% (v = 13%, n = 44)<br>Isomer 4: 77% (v = 21%, n = 42) bei Zusätzen von 0,4 – 4,0 µg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode geeignet zur Bestimmung von β-Cyfluthrin (Isomere 2 und 4) (s. Methode Nr. 0813-B01)   |

## Cyfluthrin

Methoden-Nr. 0678-B02

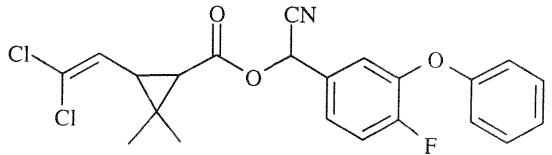
Gemisch aus 4 diastereomeren Enantiomerenpaaren

CAS-Nr. 68359-37-5

$C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$

$M = 434,3 \text{ g/mol}$

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,002 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyfluthrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cyfluthrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% (v = 5%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

**β-Cyfluthrin**Methoden-Nr. 0813-B01

---

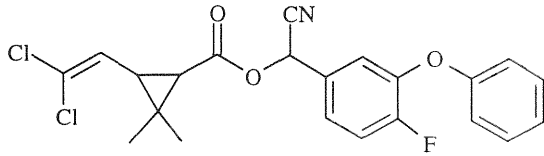
Gemisch aus 2 diastereomeren Enantiomerenpaaren

CAS-Nr. 68359-37-5

 $C_{22}H_{18}Cl_2FNO_3$ 

M = 434,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,002 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung der Wirkstoffe Cyfluthrin und Beta-Cyfluthrin in Boden, RA-498/90 (5. März 1990)                 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Forschung, Umweltforschung, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen                        |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | β-Cyfluthrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit <i>n</i> -Hexan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen der vereinigten Extrakte mit nachfolgender Reinigung über eine Florisilsäule unter Verwendung von Toluol/Aceton (99:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | β-Cyfluthrin, als Summe der Isomere  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare Ultra 1, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,0004 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Isomer 2: 100% (v = 19%, n = 36)<br>Isomer 4: 77% (v = 21%, n = 42) bei Zusätzen von 0,4 – 4 µg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode geeignet zur Bestimmung von Cyfluthrin (s. Methode Nr. 0678-B01)   |

---

**λ-Cyhalothrin**

Methoden-Nr. 0751-B01

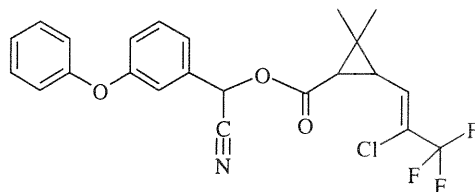
---

CAS-Nr. 91465-08-6

C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>ClF<sub>3</sub>NO<sub>3</sub>

M = 449,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,005 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | A. Sapiets  |
| <b>Zitat</b>                         | Plant Protection Residue Analytical Method No. 93; The determination of residues of PP321 in soil. A GLC method using an internal standard (14. Mai 1996) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Jealott's Hill Research Station, Berkshire  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyhalothrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril (Rückfluß)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Wasser Verteilung in Hexan, Florisilsäule, Elution mit 30% Dichlormethan in Hexan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cyhalothrin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 3% OV 25 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91% (v = 11%, n = 25) bei Zusätzen von 0,05 bis 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Cymoxanil**Methoden-Nr. 0513-B01

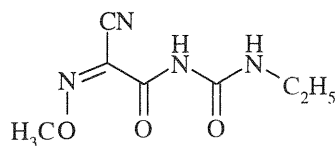
---

CAS-Nr. 57966-95-7

 $C_7H_{10}N_4O_3$ 

M = 198,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 780 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | D. Eichler, W. Heupt  |
| <b>Zitat</b>                         | Cymoxanil, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 513, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 8. Lieferung 1985, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Celamerck GmbH & Co. KG, Chemische Pflanzenschutzforschung, Ingelheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cymoxanil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zusatz von Essigsäureethylester und Celite mazerieren und anschließend zentrifugieren, Rückstand erneut extrahieren  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte mit Wasser versetzen und organisches Lösemittel entfernen, wäßrige Phase durch wiederholtes Schütteln mit <i>n</i> -Hexan reinigen und nachfolgend mit Dichlormethan extrahieren, Extrakt zur Trockne einengen, Reinigung über Kieselgelsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cymoxanil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 2% OV-101 oder 10% DC-200 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85 – 95% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,03 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,05 mg/kg angegeben.   |

---

**Cymoxanil**

---

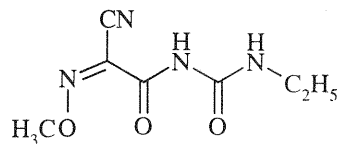
Methoden-Nr. 0513-B02

CAS-Nr. 57966-95-7

 $C_7H_{10}N_4O_3$ 

M = 198,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 780 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | L. W. Hershberger   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Cymoxanil Residues in Soil and Water, Doc. No. AMR-10-81   |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Biochemicals Department, Research Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cymoxanil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (3 verschiedene Typen)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion der getrockneten Bodenprobe mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte in Wasser aufnehmen und nachfolgend SPE unter Verwendung von C-18 Sep-Pak und Acetonitril als Eluent        |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cymoxanil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Zorbax ODS, mobile Phase: Phosphatpuffer pH 2,9/Acetonitril (72:28 v/v)                    |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 78% (v = 14%, n = 79) bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



---

**Cypermethrin**Methoden-Nr. 0498-B01

---

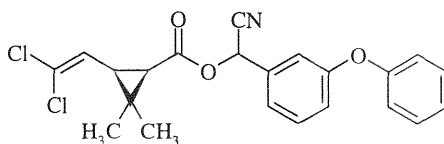
Isomerengemisch

CAS-Nr. 52315-07-8

 $C_{22}H_{19}Cl_2NO_3$ 

M = 416,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,009 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | H.-G. Nolting, J. Siebers, H. Köhle   |
| <b>Zitat</b>                         | Pyrethroide, Gaschromatographische Bestimmung, Methode S 23, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cypermethrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Ammoniumchloridlösung (50 g/l) (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit <i>n</i> -Hexan nach Zugabe von Phosphatpuffer (pH 6,7), Florisilsäule, Elution mit <i>n</i> -Hexan/Toluol (2:8 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cypermethrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule OV-1  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,03 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94 – 112% bei Zusätzen von 0,03 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bei Verwendung der genannten Kapillarsäule wird das Isomerengemisch in Cypermethrin I – IV aufgetrennt.   |

---

**Cyproconazol**Methoden-Nr. 0825-B01

---

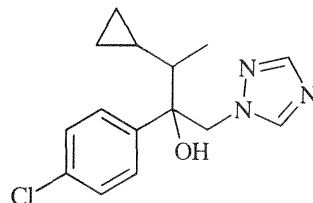
Gemisch der Diastereomere A und B (1:1)

CAS-Nr. 94361-07-06 (94361-06-5)

 $C_{15}H_{18}ClN_3O$ 

M = 291,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 93 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Cyproconazole, Überprüfung der Anwendbarkeit der DFG-Multimethode S 19, Az.58.133/88 (5. Dezember 1988)                 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyproconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, GPC (Bereich Elutionsvolumen 100 – 120 ml), Chromatographie Kieselgel-Minisäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cyproconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule DB 5  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 8 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 6%, n = 4) bei Zusätzen von 0,008 und 0,08 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 8 µg/kg   |

---

**Cyprodinil**Methoden-Nr. 0907-B01

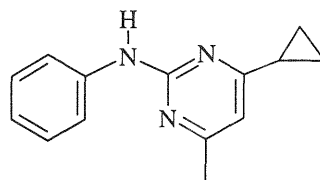
---

CAS-Nr. 121552-61-2

 $C_{14}H_{15}N_3$ 

M = 225,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 13 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Cyprodinil  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Cyprodinil  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91% (v = 6%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**2,4-D**Methoden-Nr. 0027-B01

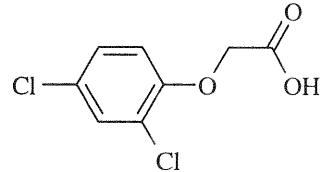
---

CAS-Nr. 94-75-7

 $C_8H_6Cl_2O_3$ 

M = 221,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 600 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting  |
| <b>Zitat</b>                         | Dichlorprop, 2,4-D, Gaschromatographische Bestimmung am ECD, Methodenergänzung 173/1 (Oktober 1987)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF, Landwirtschaftliche Versuchsstation Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | 2,4-D   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2 und 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln (0,5 h) mit 80%igem Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Natronlauge und Dichlormethan, alkalische wäßrige Phase ansäuern und erneute Verteilung unter Verwendung von Dichlormethan, Rückstand der organischen Phase umsetzen mit 10% konz. Schwefelsäure in Methanol, Aufnahme des Esters in <i>n</i> -Hexan, Säulenreinigung unter Verwendung einer Kieselgelsäule und <i>n</i> -Hexan/Essigester (90:10) als mobile Phase |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2,4-D-Methylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD (oder GC-MS), Kapillare WCOT 20/3, Split 1:20  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 79% ( $v = 11\%$ , $n = 16$ ) bei Zusätzen von 0,01 bzw. 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Dichlorprop  |

---

**2,4-D**Methoden-Nr. 0027-B02

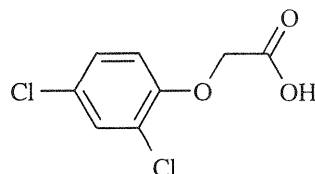
---

CAS-Nr. 94-75-7

 $C_8H_6Cl_2O_3$ 

M = 221,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 600 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stähler  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Rückstandsanalysemethode zur Bestimmung von 2,4-D in Bodenproben, RU 0587  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stähler Agrochemie GmbH & Co. KG, Stade  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | 2,4-D  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zusatz von 10%igem Methanol Kochen unter Rückfluß (2 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Einengen des Filtrates Ansäuern mit konz. Schwefelsäure, Aufnahme in Methanol, Filtration, erneutes Einengen im Rotationsverdampfer, nach Zugabe von Wasser Extraktion mit <i>n</i> -Hexan, Umsetzung mit Bortrichlorid/2-Bromethanol (10 Min. bei 90 °C), Überführung in <i>n</i> -Hexan, SPE auf Florisilsäule unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Diethylether (95:5) als Eluent, Aufnahme in <i>n</i> -Hexan |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2,4-D-Bromethylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 1% OV-17 + 2% OV-210 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% bei Zusätzen von 0,05 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ Bestimmungsgrenze  |

---

**Dazomet**

---

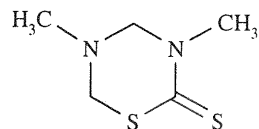
Methoden-Nr. 0029-B01

CAS-Nr. 533-74-4

 $C_5H_{10}N_2S_2$ 

M = 162,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3,6 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | F. Mayer   |
| <b>Zitat</b>                         | Methylsenfö, Gaschromatographische Bestimmung, Methode Nr. 234 (Juni 1985)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methylisothiocyanat (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasserdampfdestillation  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von C18-alkyliertem Kieselgel und Essigester/MTBE   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methylisothiocyanat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, alternativ FPD im S-Modus, Kapillare WCOT Carbowax 20M, direkte Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 72% (v = 8%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Dazomet wird wegen der schnellen hydrolytischen Spaltung im Boden zu Methylisothiocyanat in Form dieses Zersetzungsproduktes bestimmt. |

---

**Deiquat**

---

Methoden-Nr. 0037-B01

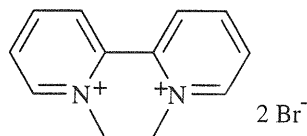
Deiquatdibromid

CAS-Nr. 85-00-7

 $C_{12}H_{12}Br_2N_2$ 

M = 344,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 718 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | L. Anderson  |
| <b>Zitat</b>                         | The Determination of Residues of Paraquat and Diquat in Soils – A Second Derivative Spectrophotometric Method, RAM 253/01 (31. Oktober 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Deiquat, Paraquat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (5 h) mit 6 M Schwefelsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung über Kationenaustauschersäule, Reduktion der Prüfsubstanzen mittels Natriumdithionit zu freien Radikalen                           |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Deiquat bzw. Paraquat als Radikale   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | Spektrophotometrie, Auswertung des Spektrums zweiter Ableitung   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Deiquat: 91% (v = 7%, n = 46)<br>Paraquat: 86% (v = 10%, n = 25) bei Zusätzen von 0,02 – 10 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,005 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Probenlagerung nur kurzfristig bei < -18 °C  |

---

**Deltamethrin**Methoden-Nr. 0496-B01

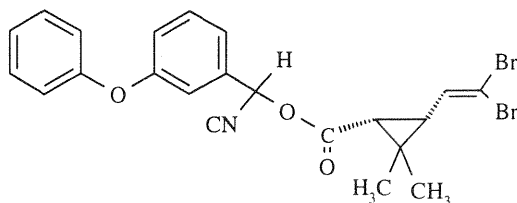
---

CAS-Nr. 52918-63-5

 $C_{22}H_{19}Br_2NO_3$ 

M = 502,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,002 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | H. Idstein, P. Brüggemann, R. Klug, H. D. Merz   |
| <b>Zitat</b>                         | Hoe 032640, Bestimmung von Rückständen in Boden, AL 008/90-0 (28. November 1990)                                   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Bereich Landwirtschaft, Produktentwicklung-Ökologie II, Frankfurt/Main                                 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Deltamethrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Aceton unter Schütteln  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung einer RP-C18-Säule und Aceton/Wasser (80:20 v/v) als Eluent                                   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Deltamethrin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS (m/z 210), Quarzkapillare DB-5, Splitless-Injektion, zum MS open-Split, chemische Ionisation (positiv Modus) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 14%, n = 17) bei Zusätzen von 0,001 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |



## Desmedipham

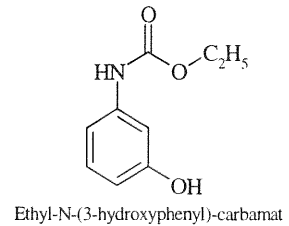
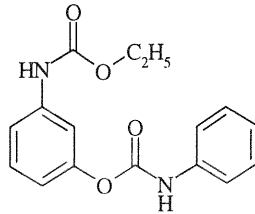
Methoden-Nr. 0415-B01

CAS-Nr. 13684-56-5

$C_{16}H_{16}N_2O_4$

M = 300,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7 mg/l



Ethyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | H.-J. Scheuermann   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Desmedipham and a Major Metabolite in Soil by HPLC, Schering Report UPSR 16/88 - PA 14494.5/11 (25. Februar 1988)                                      |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Agrochemical Division, Berlin  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Desmedipham, Ethyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2 und 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mixen (5 min) mit Aceton/Wasser (6:4 v/v), Verteilung mit gesättigter Natriumchloridlösung und <i>n</i> -Hexan;<br>Ethyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate: Kochen im Soxhlet (1 h) mit Aceton/Methanol (1:1 v/v) |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung einer Florisilsäule und Chloroform/Methanol (9:1 v/v) als Eluent, Eluat zur Trockne einengen, Aufnahme des Rückstandes in Acetonitril/Wasser (1:1 v/v) unter Zugabe von Phosphorsäure    |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Desmedipham bzw. Ethyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (229 nm), stationäre Phase: Nucleosil C8 bzw. Nucleosil C18 für Ethyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (45:55 v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% ( $v = 9\%$ , $n = 39$ ) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

**Dicamba**

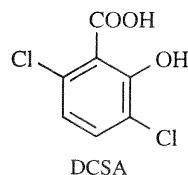
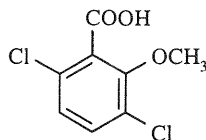
Methoden-Nr. 0218-B01

CAS-Nr. 1918-00-9

$C_8H_6Cl_2O_3$

M = 221,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 13,9 g/l (pH 7)



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | R. Bourry, P. Hertl, J. C. Karapally   |
| <b>Zitat</b>                         | A Method for the Determination of Residues of Dicamba and Dichlorosalicylic Acid in Soil Samples, TDS-No. BS2318 (13. August 1991)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Sandoz Agro Ltd., Analytical Chemistry and Environmental Sciences, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dicamba, 3,6-Dichlorsalicylsäure (DCSA) (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Rühren (45 Min.) mit 0,5 M Natronlauge bei 95 °C   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung einer Mega-Bond-Elut-Säule und von Methanol/Wasser (1:1 v/v) als Eluent, Umsetzung mit einer methanolischen Lösung von Tetra- <i>n</i> -butylammoniumhydroxid und <i>n</i> -Butyljodid, Reinigung durch Verteilung zwischen Wasser und <i>n</i> -Hexan, anschließend SPE auf Kieselgelsäule mit <i>n</i> -Hexan/Diethylether (95:5) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dicambabutylester, 2-Butoxy-3,6-dichlorbenzoesäurebutylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Megaboresäule (0,53 mm) oder Kapillaren (0,32 mm) DB 5, DB 17 oder DB 1301   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Dicamba: 94% (v = 12%) bzw.<br>DCSA: 91% (v = 13%) bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,006 mg/kg  |

---

**Dichlobenil**Methoden-Nr. 0225-B01

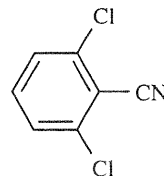
---

CAS-Nr. 1194-65-6

 $C_7H_3Cl_2N$ 

M = 172,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 14,6 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | A. Kettrup, M. Schmidt, R. Hamann   |
| <b>Zitat</b>                         | Dichlobenil, Hochdruck-flüssigchromatographische Bestimmung, Methode 225-A, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim                           |
| <b>Prüflabor</b>                     | Universität-Gesamthochschule Paderborn  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlobenil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasserdampfdestillation   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtration des Wasserdampfdestillats  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dichlobenil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (210 nm), Säulenschaltung, auf Anreicherungssäule Spherisorb ODS (RP-18) Sammlung des Wirkstoffes am Säulenkopf, von dort nach Flußumkehr Spülung auf analytische Säule LiChrosorb RP-18 unter Verwendung von Acetonitril/Wasser (54:46 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 2%, n = 3) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Dichlobenil**Methoden-Nr. 0225-B02

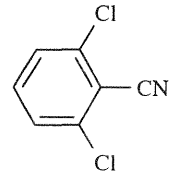
---

CAS-Nr. 1194-65-6

 $C_7H_3Cl_2N$ 

M = 172,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 14,6 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | F. Herzel   |
| <b>Zitat</b>                         | Dichlobenil, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 225, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 6. Lieferung 1982, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bundesgesundheitsamt, Berlin  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlobenil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasserdampfdestillation, Extraktion des Wasserdampfdestillats mit Toluol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | —   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dichlobenil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 2% OV-101 und 3% QF-1 auf Chromosorb W, AW-DMCS   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% bei Zusätzen zu Boden und Wasser  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 10 ng/kg angegeben. Dichlobenil kann im Boden auch als Abbauprodukt von Chlorthiamid auftreten.   |

---

**Dichlobenil**Methoden-Nr. 0225-B03

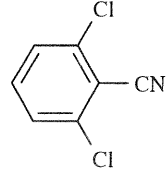
---

CAS-Nr. 1194-65-6

 $C_7H_3Cl_2N$ 

M = 172 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 14,6 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlobenil  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dichlobenil  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,08 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 79% ( $S_R = 15\%$ ) bei Zusätzen von 0,08 und 0,8 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere alternative Reinigungsverfahren sind angegeben.  |

## Dichlofluanid

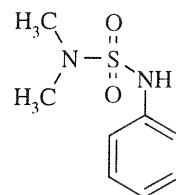
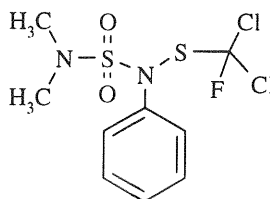
Methoden-Nr. 0203-B01

CAS-Nr. 1085-98-9

$C_9H_{11}Cl_2FN_2O_2S_2$

M = 333,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 130 mg/l



Metabolit DMSA

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | K. Vogeler, W. Piorr  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Methode zur Bestimmung von Dichlofluanid- bzw. Tolyfluanid-Rückständen sowie deren Abbauprodukte Dimethylaminosulfanilid bzw. Dimethylamino-sulfotoluidid in Pflanzenmaterial und Boden, RA-956 (19. Dezember 1977) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen und Rückstandslabor Fresenius-Piorr, Hockenheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlofluanid, Dimethylaminosulfanilid (DMSA)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (5 h) mit Methanol/Wasser (20:6 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen bis zum wäßrigen Rest, anschließend Extraktion mit Dichlormethan, Extrakt zur Trockne eindampfen und nach Zusatz von Natronlauge 0,5 h bei 80 °C verseifen, Extraktion bei pH 6 mit Dichlormethan                        |
| <b>Endbestimmung als</b>             | DMSA  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Filter), Reoplex 400 oder DC 200 auf Gaschrom Q oder Chromosorb W   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Dichlofluanid: 93%<br>DMSA: 91% bei Zusätzen von 0,1 bzw. 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Dichlorprop-P**

---

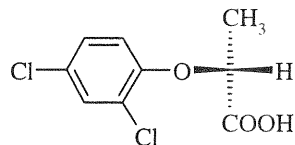
Methoden-Nr. 0771-B01

CAS-Nr. 15165-67-0

 $C_9H_8Cl_2O_3$ 

M = 235,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 590 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting   |
| <b>Zitat</b>                         | Dichlorprop, 2,4-D: Gaschromatographische Bestimmung am ECD, Methodenergänzung 173/1 (Oktober 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landw. Versuchsstation Limburgerhof, APE/CU, Umweltforschung  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlorprop, Dichlorprop-Ester   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (2.1, 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol/Wasser (80:20 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Versetzen mit 10 M Natronlauge, Waschen mit Dichlormethan, Veresterung mit Schwefelsäure/Methanol, SPE an Kieselgel, Elution mit <i>n</i> -Hexan/Ethylacetat (90:10 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dichlorprop-methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule WCOT 20/3  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 5%, n = 16) bei Zusätzen von 0,01 und 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Dichlorvos**

---

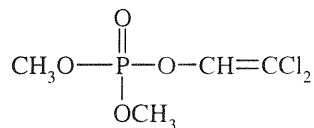
Methoden-Nr. 0200-B01

CAS-Nr. 62-73-7

 $C_4H_7Cl_2O_4P$ 

M = 221 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 10 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | K. Burger   |
| <b>Zitat</b>                         | Bodenproben; DDVP – Dünnschichtchromatographische Methode, Analysenmethode 2201-0297401-96D (12. Februar 1996)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Zentrale Analytik, Dormagen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dichlorvos  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol/Toluol (1:1 v/v), Ultraschallbehandlung  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Dünnschichtchromatographisch an Kieselgel in einer AMD-Kammer, anschließend Anfärben mit 4-(4-Nitrobenzyl)pyridin |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPTLC-AMD (570 nm), Gradient: MTBE + 10% Acetonitril/Schwefelkohlenstoff  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 105% (v = 11%, n = 6) bei Zusätzen von 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



---

**Diclofop**Methoden-Nr. 0424-B01

---

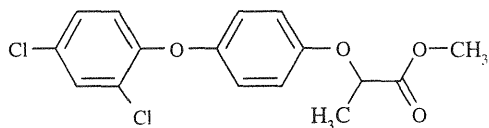
Diclofop-methyl

CAS-Nr. 51338-27-3

 $C_{16}H_{14}Cl_2O_4$ 

M = 341,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,8 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | K. Künzler, J. Pleines   |
| <b>Zitat</b>                         | Hoe 23408 in biologischen Materialien, Rückstandsbestimmung durch Gaschromatographie, AL 44/81 (9. Dezember 1981)                                    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Analytisches Laboratorium, Frankfurt am Main   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diclofop-methyl, freie Säure (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen (6 h) mit Natronlauge unter Rückfluß, Extraktion mit Ethanol, bei pH 2 Extraktion mit Hexan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit Diazomethan, bei Vorhandensein vieler Störstoffe Reinigung über Mini-Kieselgelsäulen und ggf. zusätzlich dünn-schichtchromatographisch |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diclofop-methyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 3% OV 1 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84% (v = 14%, n = 13) bei Zusätzen des Methylesters von 0,05 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze  |

---

**Diclofop**Methoden-Nr. 0424-B02

---

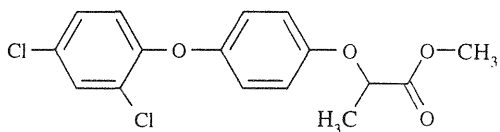
Diclofop-methyl

CAS-Nr. 51338-27-3

 $C_{16}H_{14}Cl_2O_4$ 

M = 341,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,8 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | H. Idstein  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Bestimmung von Rückständen an Pflanzenbehandlungsmitteln nach Clean-up über Gel-Chromatographie und Mini-Kieselgel-Säulen-Chromatographie, Analyse-methode AL 33/82 (5. April 1982) einschließlich Anlage 4 (11. Januar 1989)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst, Analytisches Laboratorium Dr. H. Idstein   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diclofop-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Hydrolyse durch Erhitzen mit Natronlauge, nach Ansäuern mixen mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Dichlormethan, Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Verteilung in $NaHCO_3$ -Lösung, nach Ansäuern Verteilung in Dichlormethan, Methylierung mit Methanol/konz. Schwefelsäure, optional: Kieselgel-Säule, Elution mit Aceton/Toluol (5:95 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diclofop-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, OV-1, m/z 341, 339, 253<br>GC0-ECD, OV-61/QF <sub>1</sub> /XE-60   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 4%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 – 0,45 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze   |

---

**Didecyldimethyl-ammoniumchlorid**

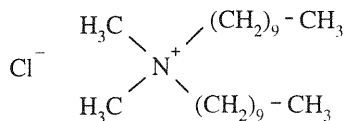
---

Methoden-Nr. 0764-B01

 $C_{22}H_{48}ClN$ 

M = 362,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): leicht löslich



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Venno   |
| <b>Autor</b>                         | K. Todt   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur Bestimmung von Didecyldimethylammoniumchlorid, NATEC 89 9936 (23. April 1990)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | NATEC Institut für naturwissenschaftlich-technische Dienste, Hamburg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Didecyldimethyl-ammoniumchlorid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Sandboden und lehmiger Sand   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit methanolischer HCl (10 ml konz. HCl + 90 ml Methanol)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umlösen in Chloroform   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Didecyldimethyl-ammoniumchlorid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-Leitfähigkeitsdetektor, stationäre Phase: Partisil PAC, mobile Phase: $CHCl_3/CH_3CN/CH_3OH/Eisessig$ (850:100:50:0,3 v/v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 82% (v = 10%, n = 17) bei Zusätzen von 0,1 bis 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Diethofencarb**Methoden-Nr. 0834-B01

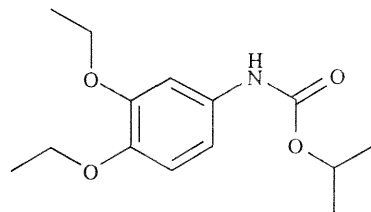
---

CAS-Nr. 87130-20-9

 $C_{14}H_{21}NO_4$ 

M = 267,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 30 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diethofencarb   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diethofencarb   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 11%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**Difenoconazol**Methoden-Nr. 0865-B01

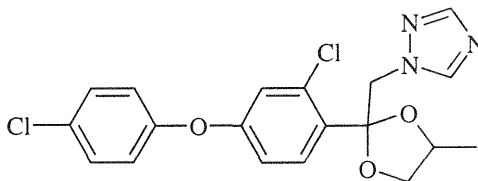
---

CAS-Nr. 119446-68-3

 $C_{19}H_{17}Cl_2N_3O_3$ 

M = 406,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 20 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | R. K. Williams   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of CGA-169374 in Soil by Gas Chromatography, Method No. AG-501 (8. Januar 1986)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Corporation, Biochemistry Department, Greensboro, N.C., USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Difenoconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (schluffiger toniger Lehm, Torf, schluffiger Lehm, Sand, Ton, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (2 h) mit Methanol/konz. Ammoniaklösung (8:2 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Wasser und Natriumchloridlösung Verteilung in Dichlormethan, vereinigte Dichlormethanextrakte in Toluol überführen, SPE unter Verwendung von Kieselsäure Sep-Pak und Toluol/Aceton (85:13 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Difenoconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, 3% OV-17 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 105% (v = 10%, n = 30) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Diflubenzuron**Methoden-Nr. 0426-B01

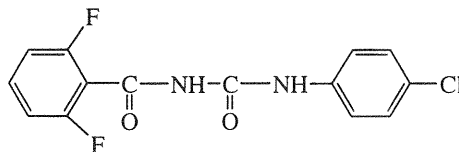
---

CAS-Nr. 35367-38-5

 $C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$ 

M = 310,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,3 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | C. Nohl-Weiler (Zusammenstellung)   |
| <b>Zitat</b>                         | Methods for residue analysis of Diflubenzuron (RES 026), 4-Chlorophenylurea (RES 025) and 2,6-Difluorobenzoic acid (RES 031) in soil, Report RA 1 (März 1996) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Duphar B.V., Analytical Development Dept.   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diflubenzuron   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Acetonitril (30:170 v/v) unter Rückfluß  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Hexan, Florisilsäule, Elution mit Aceton/Petrolether (1:4 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diflubenzuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (284 nm), stationäre Phase: Zorbax C 8, mobile Phase: Acetonitril/Wasser/Dioxan (45:45:10 v/v/v)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91% (v = 17%, n = 6) bei Zusätzen von 0,01 – 0,99 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |

---

**Diflubenzuron**

---

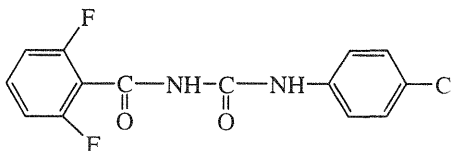
Methoden-Nr. 0426-B02

CAS-Nr. 35367-38-5

 $C_{14}H_9ClF_2N_2O_2$ 

M = 310,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,3 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | S. J. DiPrima, R. D. Cannizzaro, J.-C. Roger, C. D. Ferrell  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysis of Diflubenzuron Residues in Environmental Samples by High-Pressure Liquid Chromatography; J. Agric. Food Chem., Vol. <b>26</b> , No. 4, 1978, 968-971  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Thompson-Hayward Chemical Company, Kansas City; Cannon Laboratories, Reading   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diflubenzuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Acetonitril (1:10 v/v), Erhitzen unter Rückfluß   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Celite-Säule (Flüssig-flüssig-Verteilung Hexan/Acetonitril/Dichlormethan), Florisil-Aluminiumoxid-Kieselgelsäule, Elution mit Dichlormethan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diflubenzuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: $\mu$ -Bondapak C-18 (reverse phase) und $\mu$ -Porasil (normal phase), mobile Phase: normal phase: Isooctan/Isopropanol (93:7 v/v) und Dichlormethan/Methanol (500:1 v/v); reverse phase: Acetonitril/Wasser (6:4 v/v) und Methanol/Wasser (75:25 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91% (77-103%) bei Zusätzen von 0,05 – 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Diflufenican**Methoden-Nr. 0698-B01

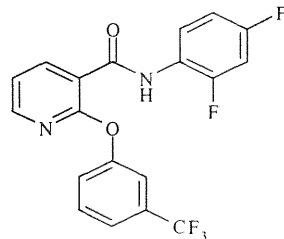
---

CAS-Nr. 83164-33-4

 $C_{19}H_{11}F_5N_2O_2$ 

M = 394,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,05 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | P. A. Maycey, J. R. Outram  |
| <b>Zitat</b>                         | Herbicides: Diflufenican, Analytical Method for the Determination of Residues in Dried Soil, D. Ag. 555 (September 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | May & Baker Ltd., Ongar, Essex, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diflufenican  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmgiger Sand, toniger Lehm, sandiger toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen im Soxhlet (4 h) mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wässrigem Methanol und Dichlormethan (< 10% org. Materie im Boden) bzw. Hexan (> 10% org. Materie), Methode A: SPE auf Kieselsäure-Sep-Pak- oder Bond Elut-Kartusche unter Verwendung von Toluol als Eluent; Methode B: Säulenchromatographie unter Verwendung einer Kieselgel-60-Säule und Diethylether/Hexan (1:9 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diflufenican  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 10% OV-210 auf Gas-Chrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Methode A: 0,02 mg/kg<br>Methode B: 0,005 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Methode A (Sep-Pak): 92% (v = 15%, n = 8)<br>Methode A (Bond Elut): 97% (v = 9%, n = 37) bei Zusätzen von 0,02 – 0,5 mg/kg<br>Methode B: 100% (v = 12%, n = 22) bei Zusätzen von 0,005 – 0,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ Bestimmungsgrenze   |



**Diflufenican**

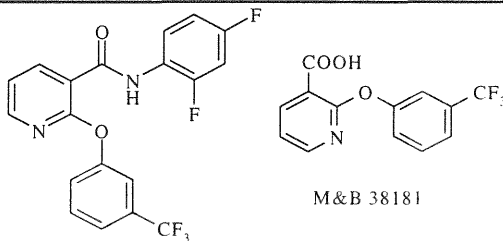
Methoden-Nr. 0698-B02

CAS-Nr. 83164-33-4

$C_{19}H_{11}F_3N_2O_2$

M = 394,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,05 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | C. H. Brockelsby, P. A. Maycey, E. A. Savage   |
| <b>Zitat</b>                         | Herbicides: M&B 38181, Analytical Method for the Determination of Residues in Soil, D. Ag. 1631 (Mai 1991) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rhône-Poulenc Agriculture Ltd., Ongar, Essex, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | M&B 38181 (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (schluffiger Lehm, sandiger schluffiger Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit wäßriger Essigsäure und Ethylacetat  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit Diazomethan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methylester von M&B 38181  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare (i.d. 0,53 mm) mit gebundenem Carbowax  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 16%, n = 26) bei Zusätzen von 0,02 – 4,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,02 mg/kg   |

**Dikegulac**

Methoden-Nr. 0433-B01

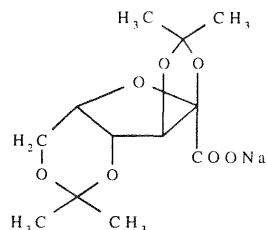
Dikegulac-Natriumsalz

CAS-Nr. 52508-35-7

$C_{12}H_{17}O_7Na$

M = 296,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 610 g/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | W. Nedvidek   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Determination of Dikegulac-sodium Residues in Soil, Project No. 94 50 12 341 (28. Oktober 1994)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BioChem GmbH, Karlsruhe   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dikegulac-Na  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit 0,1 M Natronlauge   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat mit HCl auf pH 2,5 einstellen und mit Chloroform extrahieren, Umsetzung mit Ethyljodid (5 h) bei 50 °C, SPE über Florisil-Säule, Elution mit 15% Ethylacetat in <i>n</i> -Hexan, Aufnahme in Toluol |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dikegulac-ethylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FID, Quarzkapillare DB-5, Split 1:23   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 5%, n = 6) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Dimefuron**Methoden-Nr. 0452-B01

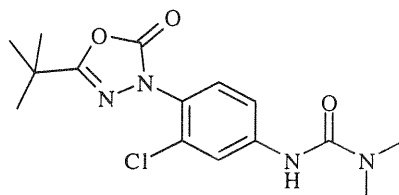
---

CAS-Nr. 34205-21-5

 $C_{15}H_{19}ClN_4O_3$ 

M = 338,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 16 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | F. Kuhlmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Carbetamid, Dimefuron und Desmethyldimefuron (Hauptmetabolit) in Böden (28. April 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Institut Kuhlmann, Labor für Umweltanalytik, Lebensmittel- und Handelschemie, Ludwigshafen                                 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimefuron, Desmethyldimefuron (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger gesättigter Kochsalzlösung und Dichlormethan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimefuron bzw. Desmethyldimefuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (255 nm), stationäre Phase: Nucleosil 100 C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser, Gradientenelution                |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Dimefuron: 94% (v = 10%, n = 15)<br>Desmethyldimefuron: 87% (v = 8%, n = 15) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg             |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Dimethachlor**

---

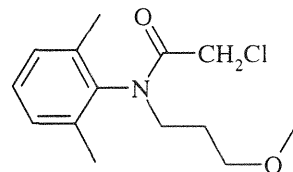
Methoden-Nr. 0413-B01

CAS-Nr. 50563-36-5

 $C_{13}H_{18}ClNO_2$ 

M = 255,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 2,3 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | R. Dieterle  |
| <b>Zitat</b>                         | Dimethachlor (CGA 17020), Determination of parent compound by gas chromatography, REM 165.03 (5. Mai 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Ltd., Plant Protection, Residue Analysis, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimethachlor   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol/Wasser (8:2 v/v), Rückfluß  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit MTBE, SPE an Aluminiumoxid, Elution mit Toluol/Aceton (9:1 v/v)                           |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethachlor   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule: DB-17   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 11%, n = 10) bei Zusätzen von 0,02 und 0,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Alternative Extraktion: Methanol/1 M Salzsäure (8:2 v/v), Rückfluß   |

---

**Dimethenamid**Methoden-Nr. 0906-B01

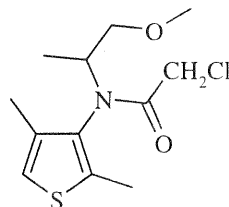
---

CAS-Nr. 87674-68-8

 $C_{12}H_{18}ClNO_2S$ 

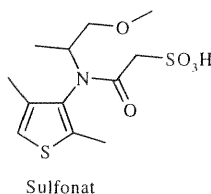
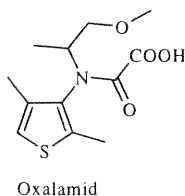
M = 275,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,22 mg/l



---

|                     |   |
|---------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b> | Novartis  |
| <b>Autor</b>        | R. Bourry, M. Wisson  |
| <b>Zitat</b>        | A Method for the Determination of Residues of Dimethenamid in Field Soil, TDS BS-4958 (27. März 1995) |
| <b>Prüflabor</b>    | Sandoz Agro LTD., Analytical Chemistry and Environmental Sciences, Basel, Schweiz                     |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Dimethenamid, Metabolit Oxalamid, Metabolit Sulfonat  |



|   |   |
|---|---|
| <b>Probenmaterialien</b>                    | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                           | Wiederholtes Schütteln mit Methanol/Wasser (6:4 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b>        | Filtration unter Verwendung eines C-18-Extraktionsfilters und nachfolgend SPE auf einer ENVI-CARB SPE Säule   |
| <b>Endbestimmung als Bestimmungsprinzip</b> | Dimethenamid, Oxalamid bzw. Sulfonat<br>HPLC-UVD (234 nm), stationäre Phase: Zorbax SB-C18, mobile Phase: Acetonitril/Tetrabutylammoniumhydrogensulfat/Phosphorsäure, Gradientenelution |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                    | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>                  | Dimethenamid: 86% (v = 10%, n = 22),<br>Oxalamid: 88% (v = 11%, n = 21),<br>Sulfonat: 86% (v = 18%, n = 19) bei Zusätzen von 0,01 – 1,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                           | ≤ 0,01 mg/kg  |

---

**Dimethenamid**

---

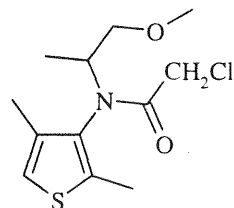
Methoden-Nr. 0906-B02

CAS-Nr. 87674-68-8

 $C_{12}H_{18}ClNO_2S$ 

M = 275,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,22 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triconazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)      |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimethenamid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethenamid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 12%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,002 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Dimethoat**Methoden-Nr. 0042-B01

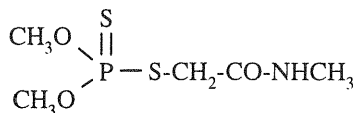
---

CAS-Nr. 60-51-5

 $C_5H_{12}NO_3PS_2$ 

M = 229,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 23,8 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | K. Wagner, H. Frehse   |
| <b>Zitat</b>                         | Omethoat, Dimethoat, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 236-(42), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 5. Lieferung 1979, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimethoat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Wasser und Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat mit Dichlormethan extrahieren und Extrakt zur Trockne eindampfen, Rückstand in Aceton aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethoat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäulen wahlweise mit QF-1, DC-200 + QF-1, DC-200 + Reoplex oder OV-17 als Trennflüssigkeit   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% bei Zusätzen von 5,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,01 mg/kg angegeben. Die Methode ist auch geeignet zur parallelen Bestimmung von Omethoat (s. Methode 0236-B01).  |

---

**Dimethoat**

---

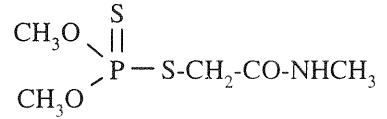
Methoden-Nr. 0042-B02

CAS-Nr. 60-51-5

 $C_5H_{12}NO_3PS_2$ 

M = 229,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 23,8 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | J. Kjolholt   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Dimethoate in Waste Water, Soil and Sediment using Gel Permeation Chromatography for Sample Clean-up, Intern. J. Environ. Anal. Chem. <b>20</b> , 161-166, 1985  |
| <b>Prüflabor</b>                     | The State Chemical Supervision Service, Soborg, Dänemark  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimethoat   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Ansäuern Extraktion mit Aceton/Hexan (4:1 v/v) im Soxhlet über Nacht   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen und bei pH 5-6 mit Dichlormethan extrahieren, Extrakt zur Trockne eindampfen, Rückstand in Cyclohexan aufnehmen und mittels GPC unter Verwendung von Bio-Beads SX-3 und Cyclohexan als Eluent reinigen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethoat   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare SE-54, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 71% bei Zusätzen von 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |



## Dimethomorph

Methoden-Nr. 0841-B01

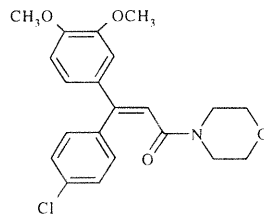
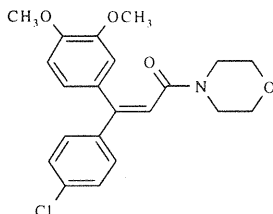
Isomerengemisch (E- und Z-Form)

CAS-Nr. 110488-70-5

$C_{21}H_{22}ClNO_4$

M = 387,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,8 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | D. Eichler  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur Rückstandsbestimmung von Dimethomorph (CME 151) in Erde, Doc. No. 151AX-524-001 (8. März 1989)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Forschung GmbH, Schwabenheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dimethomorph  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisierte Probe mit Aceton im Ultraschallbad (20 Min.)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in wäßriger Natriumchloridlösung und Dichlormethan, Gelpermeationschromatographie unter Verwendung einer mit Fractogel TSK-HW-40 gefüllten Säule und Methanol als Eluent, ggf. im Anschluß weitere Reinigung über Kieselgel-Säule      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethomorph (Isomerengemisch oder einzelne Isomere)  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (240 nm),<br>Isomerengemisch: stationäre Phase: Nucleosil-100-Phenyl, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (60:40 v/v),<br>Einzelisomere: stationäre Phase: Superspher-100-RP-18, mobile Phase: Acetonitril/Methanol/Wasser (40:20:40 v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 4) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,002 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bei Bestimmung der einzelnen Isomere ist wegen Isomerisierungsreaktionen auf weitgehenden Ausschluß von Licht zu achten.  |

---

**Diniconazol**Methoden-Nr. 0883-B01

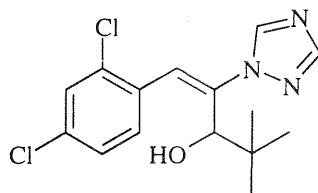
---

CAS-Nr. 76714-88-0

 $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O$ 

M = 325,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 4 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diniconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diniconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 7%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Dithianon**

---

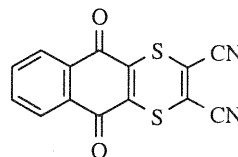
Methoden-Nr. 0045-B01

CAS-Nr. 3347-22-6

 $C_{14}H_4N_2O_2S_2$ 

M = 296,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 14 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Shell Agrar  |
| <b>Autor</b>                         | D. Eichler   |
| <b>Zitat</b>                         | Rückstandsbestimmung von Dithianon in pflanzlichem Material (einschl. Bier, Most, Wein) und Erde, Doc. No. 107AX-522-035 (22. August 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Forschung GmbH, Schwabenheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Dithianon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisierte Probe unter Zusatz von Salzsäure mit Aceton im Ultraschallbad   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in wäßriger Natriumchloridlösung und Dichlormethan, weitere Reinigung über Kieselgel-Säule                                      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dithianon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (254 nm), stationäre Phase: RP-18 LiChrosorb, mobile Phase: Acetonitril/Essigsäure/Methanol/Wasser (55:0,2:10:34,8 v/v/v/v)        |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 82% (v ± 11%) bei Zusätzen von 0,02 – 2,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,02 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bei Bestimmung der einzelnen Isomere ist wegen Isomerisierungsreaktionen auf weitgehenden Ausschluß von Licht zu achten.                   |

**Diuron**

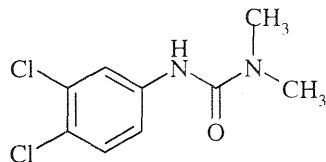
Methoden-Nr. 0046-B01

CAS-Nr. 330-54-1

C<sub>9</sub>H<sub>10</sub>Cl<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O

M = 233,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 35 mg/l bei pH 7



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | E. Pogány   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur hochdruckflüssigkeitschromatographischen Bestimmung der Herbizide Diuron und Bromacil in Boden, Methode Nr. 00231 (12. Dezember 1990) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Forschung, Umweltforschung, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Monheim                              |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Diuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (2:1 v/v), Schütteln  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an Extube-Säule, Elution mit Dichlormethan, optionale SPE an Florisil-Kartusche, Elution mit Dichlormethan/Aceton (9:1 v/v)                   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Diuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril, Gradientenelution                              |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% (v = 4%, n = 54) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Der Metabolit Desmethyl-diuron und Bromacil können auch bestimmt werden.  |

---

**Epoxiconazol**Methoden-Nr. 0875-B01

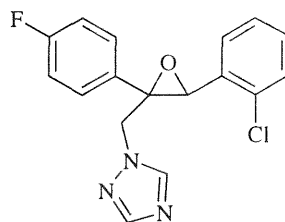
---

CAS-Nr. 106325-08-0

 $C_{17}H_{13}ClFN_3O$ 

M = 329,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,05 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of LAB 205259 in Cereals and Soil by Gas Chromatography, BASF Report No. 2810, Reg. Doc. 90/10194 (4. Dezember 1990)                           |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Environmental Chemistry, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Epoxiconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, lehmiger Sand)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol/Wasser (8:2 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat im Vakuumrotationsverdampfer vom Methanol befreien, Reinigung durch $Ca(OH)_2$ -Fällung, Verteilung Hexan-Wasser, Säulenchromatographie an Kieselgel |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Epoxiconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glaskapillare DB-1701, Split-Injektion (1:10)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% ( $v = 8\%$ , $n = 16$ ) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Epoxiconazol**Methoden-Nr. 0875-B02

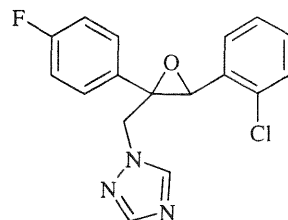
---

CAS-Nr. 106325-08-0

 $C_{17}H_{13}ClFN_3O$ 

M = 329,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,05 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting  |
| <b>Zitat</b>                         | GC Method for the Determination of LAB 205 259 in Soil, BASF Report No. 2968, Reg. Doc. 90/0322 (11. Juli 1990)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Environmental Chemistry, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Epoxiconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, lehmiger Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Aceton/Wasser (8:2 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat im Vakuumrotationsverdampfer vom Aceton befreien, Verteilung Hexan-Wasser, Säulenchromatographie an Kieselgel, Spaltung des Epoxidringes zum Diol durch Kochen unter Rückfluß (1 h) nach Zusatz von Schwefelsäure, Verteilung Dichlormethan-Wasser, Umsetzung mit Butylboronsäure bei Zimmertemperatur über Nacht |
| <b>Endbestimmung als</b>             | <i>n</i> -Butylboronsäureester des Diols  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glaskapillare SE-54, Split-Injektion (1:10)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70% (v = 5%, n = 16) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Esfenvalerat**Methoden-Nr. 0767-B01

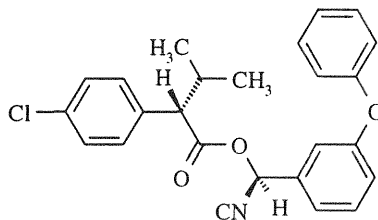
---

CAS-Nr. 66230-04-4

 $C_{25}H_{22}ClNO_3$ 

M = 419,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,01 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | M. J. Mirbach, H. P. Huber  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of the Residues of Esfenvalerate in Soil (FRG-0079), Doc. No. 30302-921-003, RCC Project 275365 (26. August 1991) |
| <b>Prüflabor</b>                     | RCC Umweltchemie AG, Itingen, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Esfenvalerat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Ethylacetat unter Schütteln und Ultraschallbehandlung  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung auf Florisilsäule unter Verwendung von Toluol/ Ethylacetat (99:1 v/v) als Eluent                                      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Esfenvalerat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillare DB-5, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 17%, n = 4) bei Zusätzen von 0,02 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |

---

**Ethephon**

---

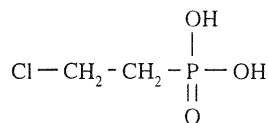
Methoden-Nr. 0481-B01

CAS-Nr. 16672-87-0

 $C_2H_6ClO_3P$ 

M = 144,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): ca. 6 kg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | A. A. Gemma, S. S. Eng, M. W. Plemmons  |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of Ethephon Soil Method at Lowest Level of Sensitivity (10 ppb), Rhône-Poulenc Project ID No. 866R10 (4. Oktober 1989)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rhône-Poulenc Ag Co., Research Triangle Park, NC, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ethephon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | -   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zusatz von 0,5 M Weinsäure Erhitzen der Probe (1 h) bei 60 – 65 °C zur Entfernung endogenen Ethens, anschließend Umwandlung von Ethephon zu Ethen durch Erhitzen (1 h) auf 60 – 65 °C mit Na <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> in geschlossenen Headspace-Gefäßen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ethen   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FID, Headspace-Analyse, Glassäule gepackt mit Porapak T  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 10%, n = 28) bei Zusätzen von 0,01 – 0,05 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |



---

**Ethephon**

---

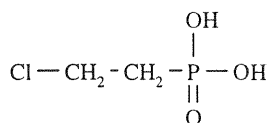
Methoden-Nr. 0481-B02

CAS-Nr. 16672-87-0

 $C_2H_6ClO_3P$ 

M = 144,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): ca. 6 kg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | ZERA  |
| <b>Autor</b>                         | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>                         | Validierung einer Analysenmethode zur Bestimmung von Ethephon in Boden mit einer Bestimmungsgrenze von 50 µg/kg (Überwachungsmethode), PR94/009 (14. März 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ethephon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1)  |
| <b>Extraktion</b>                    | -   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umwandlung von Ethephon zu Ethen durch Erhitzen (18 h) auf 40 – 43 °C in geschlossenen Headspace-Gefäßen nach Zusatz von Wasser und KOH                         |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ethen   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FID, Headspace-Analyse, Kapillare GS-Q, Split-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 11%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 19 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | 0,011 mg/kg   |

**Ethiofencarb**

Methoden-Nr. 0393-B01

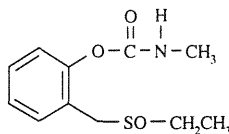
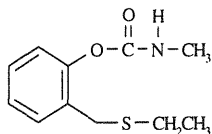
Ethiofencarb

CAS-Nr. 29973-13-5

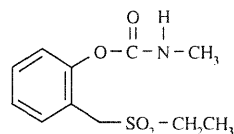
$C_{11}H_{15}NO_2S$

M = 225,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,82 g/l



Sulfoxid (II)



Sulfon (III)

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | G. Dräger   |
| <b>Zitat</b>                         | Ethiofencarb, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 393, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 4. Lieferung 1976, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ethiofencarb, Sulfoxid (II) Metabolit, Sulfon (III) Metabolit   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Acetonextrakte mit Salzsäure versetzen und mit Chloroform ausschütteln, Chloroform abdestillieren, Rückstand in Aceton aufnehmen und mit Fällungslösung (Ammoniumchlorid/Phosphorsäure) versetzen, Filtrat mit Chloroform extrahieren, Extrakt zur Trockne eindampfen und Rückstand in Aceton lösen, Umsetzung mit Kaliumpermanganat- und Magnesiumsulfatlösung zum Sulfon, eingeeengte Lösung mit BSTFA (Bis-(trimethylsilyl)-trifluoracetamid) silylieren |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trimethylsilyliertes Sulfon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Modus), Glassäule 5% DC-200 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Ethiofencarb 77%, Sulfoxid 83%, Sulfon 81% bei Zusätzen von 0,1 bzw. 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch beschrieben in Pflanzenschutz-Nachrichten Bayer 27(2), 144-155, 1974   |

---

**Ethofumesat**

---

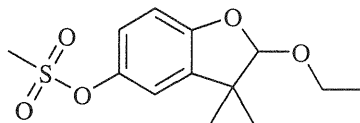
Methoden-Nr. 0383-B01

CAS-Nr. 26225-79-6

 $C_{13}H_{18}O_5S$ 

M = 286,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 42 mg/l



---

|  |  |
|--|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Feinchemie Schwebda  |
| <b>Autor</b>                             | W. Kördel, J. Müller   |
| <b>Zitat</b>                             | Rückstandsuntersuchungen von Ethofumesat in Böden<br>(26. November 1992)   |
| <b>Prüflabor</b>                         | Fraunhofer-Institut für Umweltchemie und Ökotoxikologie,<br>Schmallenberg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Ethofumesat  |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                        | Kochen (1,5 h) unter Rückfluß mit Methanol   |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Wasser Extraktion mit Dichlormethan, SPE auf<br>einer Florisil-Säule unter Verwendung von Dichlormethan/Ethyl-<br>acetat (97:3 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Ethofumesat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: ODS-Hypersil, mobile<br>Phase: Acetonitril/Wasser (60:40 v/v)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 89% (v = 2%, n = 7) bei Zusätzen von 0,05 – 2,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                        | < 0,05 mg/kg   |

**Ethofumesat**

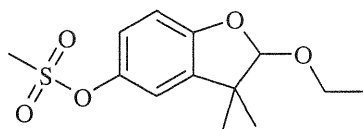
Methoden-Nr. 0383-B02

CAS-Nr. 26225-79-6

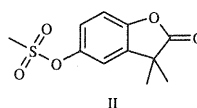
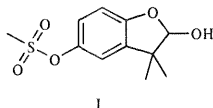
$C_{13}H_{18}O_5S$

M = 286,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 42 mg/l



|                     |   |
|---------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b> | Stefes Agro   |
| <b>Autor</b>        | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>        | Ethofumesat und Metaboliten (Hydroxy-ethofumesat, Oxo-ethofumesat) in Boden, flüssigchromatographische Methode, iCD003 (14. Oktober 1992) |
| <b>Prüflabor</b>    | Dr. Gerhard Krebs Analytik  |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Ethofumesat, Hydroxy-ethofumesat (I), Oxo-ethofumesat (II)  |



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Aceton unter Anwendung von Ultraschall, Extrakt zur Trockne einengen, Rückstand mit Dichlormethan aufnehmen  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE auf einer Florisil-Säule unter Verwendung von Dichlormethan/Ethylacetat (97:3 v/v) als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ethofumesat, Hydroxy-ethofumesat, Oxo-ethofumesat   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (283 nm), stationäre Phase: RP18 oder RP select B, mobile Phase: Acetonitril/Wasser, Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Ethofumesat: 0,03 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Ethofumesat: 99% (v = 3%, n = 20) bei Zusätzen von 0,034 – 1,0 mg/kg<br>Hydroxy-ethofumesat: 90% (v = 4%, n = 12) bei Zusätzen von 0,1 – 1 mg/kg<br>Oxo-ethofumesat: 94% (v = 3%, n = 4) bei Zusätzen von 1 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze   |

---

**Ethofumesat**Methoden-Nr. 0383-B03

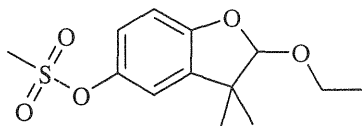
---

CAS-Nr. 26225-79-6

 $C_{13}H_{18}O_5S$ 

M = 286,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 42 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | J. D. Manley   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Ethofumesate Residues in Soil by Gas Chromatography, NC 8438/W59 , RESID/89/74 (10. August 1989)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering Agrochemicals Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden Essex, GB   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ethofumesat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß im Soxhlet über Nacht mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Wasser und Entfernung des Acetons Extraktion der alkalisierten wäßrigen Phase mit Hexan, SPE auf einer Sep-Pak-Kieselsäure-Kartusche unter Verwendung von Dichlormethan/Hexan (9:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ethofumesat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Modus), Quarzkapillare HP 1 (0,53 mm)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 13%, n = 30) bei Zusätzen von 0,01 – 5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Fenarimol**Methoden-Nr. 0495-B01

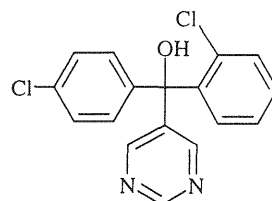
---

CAS-Nr. 60168-88-9

 $C_{17}H_{12}Cl_2N_2O$ 

M = 331,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 13,7 mg/l



---

|  |   |
|--|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                             | A. Koshab, D. Gale, E. McLaughlin   |
| <b>Zitat</b>                             | Determination of Residues of Fenarimol in Soil, ERC 97.05<br>(16. Juli 1997)  |
| <b>Prüflabor</b>                         | DowElanco, Letcombe Laboratory  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Fenarimol   |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                        | Erhitzen mit Methanol/Wasser (3:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Flüssig-flüssig-Verteilung in Toluol, Festphasenextraktion an<br>Kieselgel, Elution mit Methanol/Dichlormethan (2:98 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Fenarimol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | GC-ECD, Kapillarsäule HP Ultra 2  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 98% (v = 6%, n = 24) bei Zusätzen von 0,005 bis 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                        | ≤ 1,4 µg/kg (4 Böden)   |

---

**Fenazaquin**

---

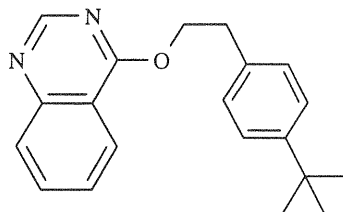
Methoden-Nr. 0885-B01

CAS-Nr. 120928-09-8

 $C_{20}H_{22}N_2O$ 

M = 306,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                         | M. Hastings, F. Schmidt  |
| <b>Zitat</b>                         | The Suitability of the DFG Method S 19 for the Determination of Fenazaquin Residues in Oranges, Tomatoes, Cucumbers, Melons, Peaches, Apples, and Soil, Study No. DOW-9401 (November 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenazaquin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, GPC (Bereich des Elutionsvolumens 105 – 145 ml), Chromatographie an Kieselgel-Minisäule, Eluat 4   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenazaquin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Kapillarsäule DB-1 oder GC-MS, SIM: m/z 145, 146, 160, Kapillarsäule XTI-5  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 22%, n = 4) bei Zusätzen von 0,005 und 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Fenbuconazol**Methoden-Nr. 0868-B01

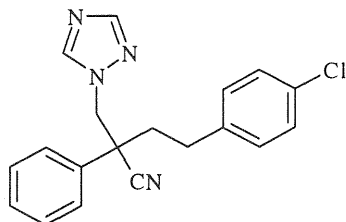
---

CAS-Nr. 114369-43-6

 $C_{19}H_{17}ClN_4$ 

M = 336,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3,6 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rohm & Haas   |
| <b>Autor</b>                         | J. J. Martin, R. O. Deakyne   |
| <b>Zitat</b>                         | Residue Analytical Method for Parent RH-7592 and its Metabolites RH-9129, RH-9130 and RH-6467 in Soil, Report No. 34-90-69 (13. November 1990)                    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rohm and Haas Company, Research Laboratories, Spring House, Pa., USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenbuconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung nach Zugabe von Natriumchloridlösung und Dichlormethan, Rückstand des Dichlormethanextraktes in Toluol/Aceton aufnehmen, Reinigung über Kieselgelsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenbuconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-TID, Quarzkapillare SPB-608 (0,53 mm)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 10%, n = 78) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |



**Fenbutatin-oxid**

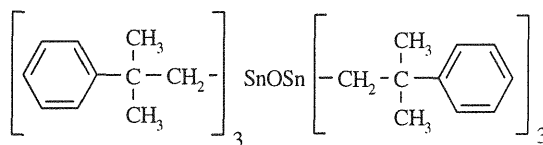
Methoden-Nr. 0410-B01

CAS-Nr. 13356-08-6

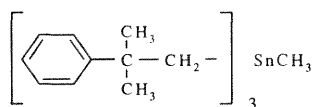
$C_{60}H_{78}OSn_2$

M = 1052,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,005 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Fenbutatin Oxide in Soil – Gas Chromatographic Method, Document No. 311AX-524-001, SAMS 491-1 (Dezember 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Research Ltd., Sittingbourne Research Centre, Sittingbourne, Kent, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenbutatinoxid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (toniger Lehm, sandiger Lehm, schluffiger Ton)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Dichlormethan/Methanol (2:3 v/v), anschließend Schütteln (1 h) mit Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methylierung mit Methylithium/Lithiumbromid, Verteilung in Wasser - Hexan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             |  |

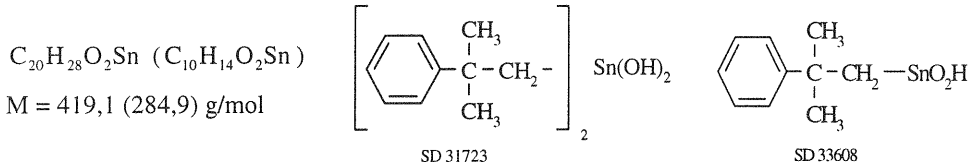


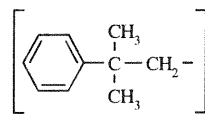
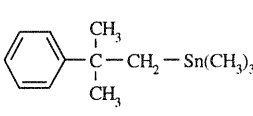
|                            |   |
|----------------------------|---|
| <b>Bestimmungsprinzip</b>  | GC-FPD (610 nm), Glassäule gefüllt mit Dexsil 400 GC auf Gaschrom Q |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>   | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b> | 91% (v = 11%, n = 15) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg             |
| <b>Blindwerte</b>          | < 0,01 mg/kg  |

**Fenbutatin-oxid**

Methoden-Nr. 0410-B02

Metabolite SD 31723 und SD 33608



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Fenbutatin Oxide; SD 31723 and SD 33608, Metabolites of Fenbutatin Oxide, in Soil – Gas Chromatographic Method, Document No. 311AX-524-002, SAMS 508-1, (Januar 1991)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Research Ltd., Sittingbourne Research Centre, Sittingbourne, Kent, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenbutatinoxidmetabolite SD 31723 und SD 33608  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (toniger Lehm, sandiger Lehm, schluffiger Ton)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (4 h) mit Chloroform/Salzsäure konz. (3:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methylierung mit Methylithium/Lithiumbromid, Verteilung in Wasser - Hexan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center;"> <div style="text-align: center;">  <p>SD 31723</p> </div> <div style="text-align: center;"> <math>Sn(CH_3)_2</math> </div> <div style="text-align: center;">  <p>SD 33608</p> </div> </div> |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (610 nm), Kapillarsäule CP Sil 19 CB bzw. Glassäule gefüllt mit Dextsil 400 GC auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | SD 33608: 91% (v = 12%, n = 37)<br>SD 31723 (sandiger Lehm): 83% (v = 24%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Wiederfindungsraten für SD 31723 in schluffigem Ton und tonigem Lehm liegen unter 70%.  |

---

**Fenfuram**Methoden-Nr. 0438-B01

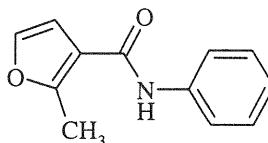
---

CAS-Nr. 24691-80-3

 $C_{12}H_{11}NO_2$ 

M = 201,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 136 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | KenoGard AB  |
| <b>Autor</b>                         | M. Carlsson  |
| <b>Zitat</b>                         | Validation Report for a Quantitative Determination of Fenfuram in Soil According to the Analytical Method 89 AM 0028, Report 89 AC 0466 (8. Dezember 1989), Quantitative Determination of Fenfuram in Soil by HPLC, Analytical Method 89 AM 0028 (12. Dezember 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Nobel Corporate Services, Nacka, Schweden  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenfuram   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, toniger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenfuram   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (260 nm), stationäre Phase: Supelcosil LC-DB, mobile Phase: Acetonitril/Wasser Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 5%, n = 18) bei Zusätzen von 0,05 bis 0,18 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Fenhexamid**Methoden-Nr. 0956-B01

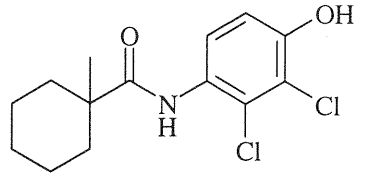
---

CAS-Nr. 126833-17-8

 $C_{14}H_{17}Cl_2NO_2$ 

M = 302,2 g/mol

Wasserlöslichkeit: 20 mg/l (pH 7)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner   |
| <b>Zitat</b>                         | Laboratory method for high performance liquid chromatographic determination of residues of the fungicide KBR 2738 in soil, RA – 509/92 (31. Juli 1992) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institute for Product Information and Residue Analysis, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenhexamid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril (Soxtec)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Kieselgelsäule (Bench Mate system), Elution mit Toluol/Ethylacetat (95:5 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenhexamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (210 nm), stationäre Phase: Superspher 60 RP select B, mobile Phase: Gradient Acetonitril/0,1% NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> in Wasser     |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 9%, n = 7) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Fenhexamid**Methoden-Nr. 0956-B02

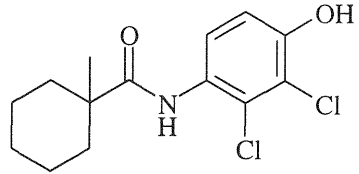
---

CAS-Nr. 126833-17-8

 $C_{14}H_{17}Cl_2NO_2$ 

M = 320,2 g/mol

Wasserlöslichkeit: 20 mg/l (pH 7)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | H. Sommer   |
| <b>Zitat</b>                         | Method 00535 (MR-560/98) for Liquid Chromatographic Determination of KBR 2738 in Soil; Enforcement-/Confirmatory Method to RA-509/92 (2. September 1998)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institute for Metabolism Research and Residue Analysis, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenhexamid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril (Soxtec)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Kieselgel-SPE-Kartusche, Elution mit Toluol/Ethylacetat (95:5 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenhexamid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (210 nm), stationäre Phase: Superspher 60 RP select B, mobile Phase: Gradient Acetonitril/Wasser (1 g/l $NaH_2PO_4 \cdot 2 H_2O$ );<br>HPLC-ELCD, stationäre Phase: LiChrospher 100 RP-18, mobile Phase: Methanol/Acetat-Pufferlösung (pH = 4,8) (6:4 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | UVD: 86% (v = 17%, n = 19) bei Zusätzen von 0,01 und 0,1 mg/kg<br>ELCD: 85% (v = 16%, n = 19) bei Zusätzen von 0,01 und 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg   |

## Fenoxaprop

Methoden-Nr. 0690-B01

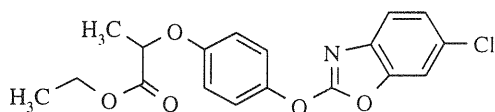
Fenoxaprop-ethyl

CAS-Nr. 82110-72-3

$C_{18}H_{16}ClNO_5$

M = 361,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,8 mg/l



### Bezugsquelle

AgrEvo

### Autor

H. Idstein, H.-J. Werner, J. H. Johnson

### Zitat

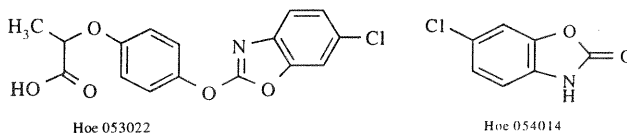
Rückstandsbestimmung von Hoe 033171 und seinen Metaboliten Hoe 05322 und Hoe 054014 in biologischen Materialien und Böden, AL58/86 (31. Oktober 1986)

### Prüflabor

Hoechst AG, Analytisches Laboratorium, Frankfurt/Main

### Prüfsubstanz

Fenoxaprop-ethyl, Metabolite Hoe 053022 und Hoe 054014



### Probenmaterialien

Boden

### Extraktion

Kochen unter Rückfluß (6 h) mit Acetonitril/Salzsäure (90:10 v/v), dabei Umsetzung von Fenoxaprop-ethyl und Hoe 053022 zu Hoe 054014

### Reinigung und Derivatisierung

Reinigung über Extrelutsäule unter Verwendung von 20% Diethylether in n-Hexan, Umsetzung mit Essigsäureanhydrid bei 130 °C, Reinigung durch Chromatographie an Säulenkombination C-18 SEP-PAK und Kieselgel

### Endbestimmung als

3-Acetyl-6-chlor-2,3-dihydrobenzoxazol-2-on

### Bestimmungsprinzip

GC-ECD, Quarzkapillare DB1, On-Column-Injektor, alternativ gepackte Säule SP 2100 auf Supelcoport

### Bestimmungsgrenze

0,02 mg/kg

### Wiederfindungsraten

Fenoxaprop-ethyl: 91% (v = 16%, n = 36),  
Hoe 053022: 84% (v = 15%, n = 36),  
Hoe 054014: 89% (v = 28%, n = 36) bei Zusätzen von  
0,02 – 0,1 mg/kg

### Blindwerte

< 0,02 mg/kg

---

**Fenoxycarb**Methoden-Nr. 0765-B01

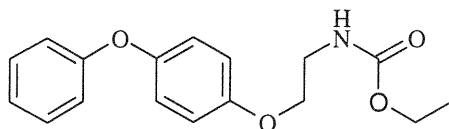
---

CAS-Nr. 72490-01-8

 $C_{17}H_{19}NO_4$ 

M = 301,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 6 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Fenoxycarb, Überprüfung der Anwendbarkeit der DFG-Multimethode S 19, Az. 65.490/89 (31. Juli 1989)                               |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenoxycarb   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, GPC (Bereich Elutionsvolumen 120 – 140 ml), Chromatographie Kieselgel-Minisäule, Eluat 3 |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenoxycarb   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, widebore Kapillarsäule DB-5, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 7%, n = 4) bei Zusätzen von 0,02 und 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Fenpiclonil**

---

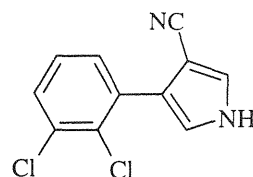
Methoden-Nr. 0812-B01

CAS-Nr. 74738-17-3

 $C_{11}H_6Cl_2N_2$ 

M = 237,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | F. Lanter   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Parent Compound by High Performance Liquid Chromatography (HPLC), REM 121.02 (17. August 1989) und Appendix, REM 121.04 (13. November 1989)                                    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Agricultural Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpiclonil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, Schweizer Erde Valais)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Acetonitril   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat nach Zugabe von Wasser, Natriumchloridlösung und Salzsäure extrahieren mit <i>n</i> -Hexan/MTBE, SPE unter Verwendung einer Kieselgelkartusche und <i>n</i> -Hexan/Isopropanol (8:2 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpiclonil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 nm), Säulenschaltung, stationäre Phase (Säule 1 und 2): Zorbax BP-CN, mobile Phase 1: <i>n</i> -Hexan/Isopropanol (9:1 v/v), mobile Phase 2: <i>n</i> -Hexan/Isopropanol (8:2 v/v)            |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 8%, n = 24) bei Zusätzen von 0,02 und 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



---

**Fenpiclonil**

---

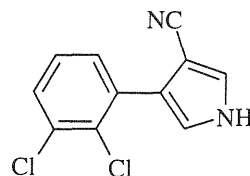
Methoden-Nr. 0812-B02

CAS-Nr. 74738-17-3

 $C_{11}H_6Cl_2N_2$ 

M = 237,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpiclonil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpiclonil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 102% (v = 5%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

**Fenpropathrin**

---

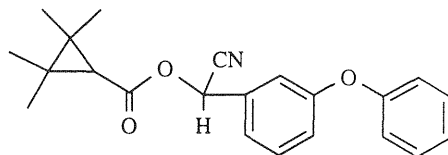
Methoden-Nr. 0625-B01

CAS-Nr. 39515-41-8

 $C_{22}H_{23}NO_3$ 

M = 349,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): &lt; 1 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Sumitomo  |
| <b>Autor</b>                         | M. Alawi  |
| <b>Zitat</b>                         | Fenpropathrin in Boden, DSG/SUM-Ökolimna-7/82-032   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ökolimna GmbH, Burgwedel  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpropathrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2 und 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Petrolether (1:1 v/v) im Ultra-Turrax  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Florisilsäule unter Verwendung von Ether/Petrolether (1:9 v/v)                                    |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpropathrin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (213 nm), stationäre Phase: Säule Typ RP-C 18, mobile Phase: Methanol/Wasser (90:10 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 10%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 bzw. 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Fenpropathrin**Methoden-Nr. 0625-B02

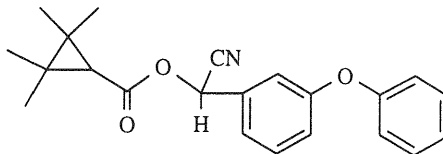
---

CAS-Nr. 39515-41-8

 $C_{22}H_{23}NO_3$ 

M = 349,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): &lt; 1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenpropathrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpropathrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpropathrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 12%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

**Fenpropidin**

---

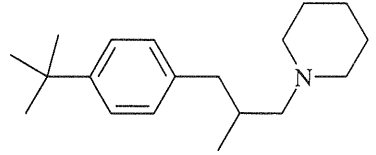
Methoden-Nr. 0881-B01

CAS-Nr. 67306-00-7

 $C_{19}H_{31}N$ 

M = 273,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 128,8 g/l (pH 5), 530 mg/l (pH 7), 6,2 mg/l (pH 9)



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | R. Hänni  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Determination of Residues of the Fungicide Fenpropidin (Ro 12-3049/000) in Green Plants, Straw, Grain, Soil and Water, 718-MD-03 (Juni 1983) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. R. Maag, Chemische Fabrik, Dielsdorf, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpropidin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zusatz von Ammoniumchlorid Extraktion mit Methanol (5 h) im Thiele-Pape-Extraktor  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Salzsäure Methanol verdampfen, Extraktion mit Chloroform, Reinigung auf Aluminiumoxidsäule unter Verwendung von 3% Aceton in Toluol     |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpropidin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Apiezon L + KOH auf Chromosorb W   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Fenpropimorph**Methoden-Nr. 0608-B01

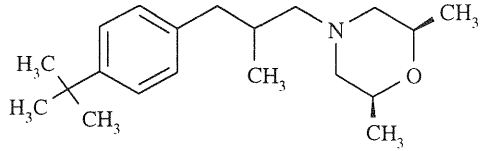
---

CAS-Nr. 67564-91-4

 $C_{20}H_{33}NO$ 

M = 303,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,3 mg/l (pH 7), 8,2 g/l (pH 4,4)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung von Fenpropimorph in Boden und Pflanzenproben, BASF-Bericht Nr. 3741 (24. Mai 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Ökobiologie und Umweltanalytik, Rückstandschemie, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpropimorph   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zugabe von Wasser und Natriumhydrogencarbonat Extraktion mit Chloroform in Bleidner-Apparatur (3 h)                          |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung an Kieselgel- oder Ionenaustauschersäule  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpropimorph   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillare SE-54, Split-Injektion 10:1   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 8%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 und 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Fenpyroximat**Methoden-Nr. 0880-B01

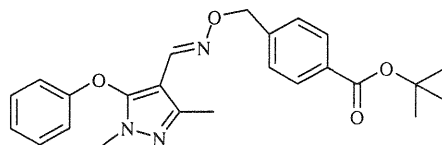
---

CAS-Nr. 111812-58-9

 $C_{24}H_{27}N_3O_4$ 

M = 421,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,015 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | H. Weber   |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of Method DFG S 19 for the Determination of the Residues of Fenpyroximate (HOE 094552) and Metabolite M-1 (HOE 112573) in Soil, HOE9236V (18. Januar 1993)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenpyroximat (E-Isomer), Metabolit Hoe 112573 (Z-Isomer)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Extraktion mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt mit NaCl sättigen und mit Dichlormethan extrahieren, GPC an Bio Beads S-X3 unter Verwendung von Cyclohexan/Ethylacetat (1:1 v/v), Chromatographie an Minikieselgelsäule mit Toluol/-Aceton (80:20 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenpyroximat (E- und Z-Isomere werden getrennt)  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Quarzkapillare DB-1, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Fenpyroximat (E): 98% (v = 11%, n = 6),<br>Fenpyroximat (Z): 88% (v = 11%, n = 6) bei Zusätzen von<br>0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Fenthion**Methoden-Nr. 0057-B01

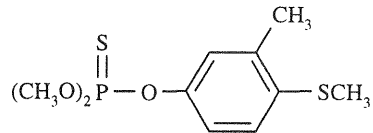
---

CAS-Nr. 55-38-9

 $C_{10}H_{15}O_3PS_2$ 

M = 278,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | A. D. Ewing, T. D. Phillips, S. R. Hamann   |
| <b>Zitat</b>                         | A Method for the Determination of ®BAYTEX and Selected Metabolites in Soil, Project No. 192 (13. Oktober 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Pharmacology and Toxicology Research Laboratory, Lexington, Kentucky, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenthion, Fenthionsulfon (Metabolit), Fenthionsulfoxid (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Schluff)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Dichlormethan/Aceton (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | GPC, anschließend SPE unter Verwendung einer Diol-Kartusche und Aceton/Hexan (2:98 v/v) als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenthion, Fenthionsulfon, Fenthionsulfoxid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (210 nm), stationäre Phase: Supelcosil (LC-18 reverse phase), mobile Phase: Phosphorsäure/Triethylamin pH 3 und Acetonitril, Gradientenelution                             |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Fenthion: 83% (v = 3%, n = 5) bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg<br>Fenthionsulfon: 82% (v = 21%, n = 6),<br>Fenthionsulfoxid: 76% (v = 11%, n = 6) bei Zusätzen von 0,025 – 1,0 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bei einem Zusatz von 0,025 mg/kg betrug die Wiederfindungsrate für Fenthion 137%.   |

---

**Fentin-hydroxid**Methoden-Nr. 0349-B01

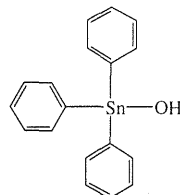
---

CAS-Nr. 76-87-9

 $C_{18}H_{16}OSn$ 

M = 367 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,22 mg/l (pH 7,8)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff  |
| <b>Zitat</b>                         | Organozinn-Verbindungen, Gaschromatographische Bestimmung, Methode S 24, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 1.-11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fentin-hydroxid, Fentin-acetat, Fentin-chlorid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mixen oder Schütteln mit Aceton unter Zusatz von Bromwasserstoff   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in <i>n</i> -Hexan, Umsetzung mit Methylmagnesiumchlorid, Florisilsäule, Elution mit <i>n</i> -Hexan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methyltriphenylzinn  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD, 5% OV-17 oder 5% OV-225 auf Chromosorb G   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80 – 100% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angabe   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Als untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird für Pflanzenmaterial und Erde 0,02 – 0,05 mg/kg angegeben.  |



---

**Fenvalerat**

---

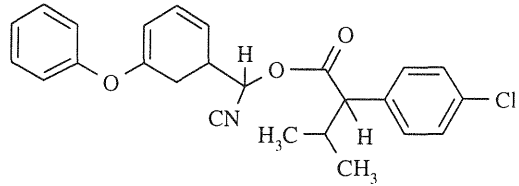
Methoden-Nr. 0492-B01

CAS-Nr. 51630-58-1

 $C_{25}H_{22}ClNO_3$ 

M = 419,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1 µg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Residue Analytical Method for Fenvalerate in Soil, Doc. No. 302AX-524-001 (28. Januar 1988)                                   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Sumitomo Chemical Co., Ltd., Plant Protection Division International  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fenvalerat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Ethylacetat unter Zusatz von HCl  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugat zur Trockne eindampfen, Chromatographie über Florisilsäule unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Aceton (10:1 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fenvalerat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 3% OV-101 + 3% Apiezon L auf Gas Chrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 2%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Das isomere Esfenvalerat kann mit dieser Methode bestimmt werden.   |

---

**Flocoumafen**

---

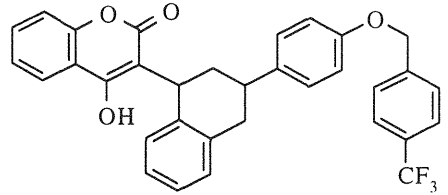
Methoden-Nr. 0688-B01

CAS-Nr. 90035-08-8

 $C_{33}H_{25}F_3O_4$ 

M = 542,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of WL108366 in Soil – Liquid Chromatographic Method, Document No. 308AX-524-001 (März 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Research Ltd., Environmental and Biochemical Toxicology Division, Sittingbourne Research Centre, Sittingbourne, Kent, UK                                   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flocoumafen  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit Acetonitril/Wasser (80:20 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrieren über Celite, bei Konzentrationen > 0,05 mg/kg direkt HPLC, ansonsten Reinigung unter Verwendung einer Festphasenkartusche (NH <sub>2</sub> Bond Elut) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flocoumafen  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 310 nm, Emission 390 nm), stationäre Phase: Spherisorb-5-ODS 2, mobile Phase: Acetonitril/Wasser/Essigsäure (80:20:0,1 v/v/v)                  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 2%, n = 5) bei Zusätzen von 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | In der Methode wird eine Bestimmungsgrenze von 1 µg/kg ohne entsprechende Validierungsdaten angegeben.   |

---

**Fluazifop-P**

---

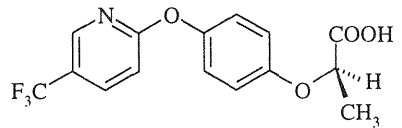
Methoden-Nr. 0833-B01

CAS-Nr. 83066-88-0

 $C_{15}H_{12}F_3NO_4$ 

M = 327,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 780 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | E. Bolygó, D. Brunel, S. D. Jones   |
| <b>Zitat</b>                         | The Determination of Fluazifop and Reference x in Soil, ARAM No. 195 (13. Juni 1991)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fluazifop   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser (50:50 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ansäuern, Ausschütteln mit Ethylacetat, SPE an Silicagel, Elution mit Dichlormethan/Hexan/Essigsäure/Methanol (40:60:0,5:1,5 v/v/v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fluazifop   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (224 nm), stationäre Phase: KR-100 5C <sub>18</sub> Kromasil, mobile Phase: Acetonitril/Methanol/2-Propanol/Wasser (45:10:5:40 v/v/v/v) + 0,1% Phosphorsäure pH 2,5 – 2,7 |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86%, (v = 14%, n = 33) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Fluazinam**

---

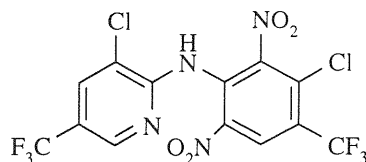
Methoden-Nr. 0849-B01

CAS-Nr. 79622-59-6

 $C_{13}H_4Cl_2F_6N_4O_4$ 

M = 465,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,07 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | J. Ryan, A. Sapiets   |
| <b>Zitat</b>                         | The Determination of Residues of Fluazinam in Soil, a Gas-Liquid Chromatography Method, ARAM 211 (4. November 1992)         |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fluazinam   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1,5 h) mit Acetonitril   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von SEP-PAK C18 und Acetonitril als Eluent oder Kieselgel BOND ELUT und Diethylether/Hexan (30:70 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fluazinam   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare DB-1 (0,53 mm)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% (v = 12%, n = 55) bei Zusätzen von 0,01 – 0,75 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Fludioxonil**Methoden-Nr. 0887-B01

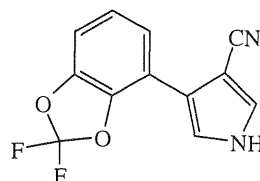
---

CAS-Nr. 131341-86-1

 $C_{12}H_6F_2N_2O_2$ 

M = 248,2g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,8 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fludioxonil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fludioxonil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 9%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**Flufenacet**

---

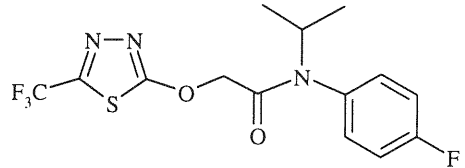
Methoden-Nr. 0922-B01

CAS-Nr. 142459-58-3

 $C_{14}H_{13}F_4N_3O_2S$ 

M = 363,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 56,0 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | W. M. Leimkuehler, K. S. Moore  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of FOE 5043 and Two Metabolites in Soil, Report No. 105167 (10. Februar 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Miles Inc., Agriculture Division, Research and Development Department, Miles Research Park, Stilwell, Kansas, USA     |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flufenacet  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/0,1 M Salzsäure (1:1 v/v), Rühren   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Acetonitril/Dichlormethan (1:2 v/v), SPE an Florisil, Elution mit Acetonitril                        |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flufenacet  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, Säule: DB-5MS  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 111% (v = 7%, n = 4) bei Zusätzen von 0,005 – 0,025 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Alkohol- bzw. Oxalat-Metabolit können nach entsprechender Derivatisierung bestimmt werden.                            |

**Fluoroglycofen**

Methoden-Nr. 0832-B01

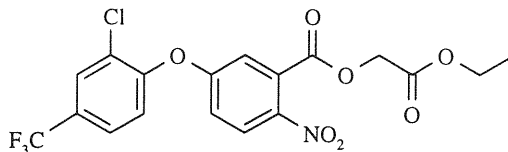
Fluoroglycofen-ethyl

CAS-Nr. 77501-90-7

 $C_{18}H_{13}ClF_3NO_7$ 

M = 447,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,09 mg/l



|  |  |
|--|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Rohm & Haas  |
| <b>Autor</b>                             | R. P. Mimm, W. J. Zogorski   |
| <b>Zitat</b>                             | A Residue Analytical Method for RH-0265, TR 36H-82-09<br>(27. April 1982)                      |
| <b>Prüflabor</b>                         | Rohm & Haas Company, Spring House, PA, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Fluoroglycofen-ethyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                        | Nach Zugabe von Celite mixen mit Acetonitril/1 M Salzsäure<br>(70:30 v/v)                      |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von NaCl-Lösung und Toluol zum Filtrat Verteilung,<br>Reinigung über Florisilsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Fluoroglycofen-ethyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | GC-ECD, Glassäule 2% OV-17 + 1% OV-210 auf Supelcoport   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 84% (v = 9%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                        | Nicht aufgetreten  |

---

## Flupyrsulfuron

---

Methoden-Nr. 0925-B01

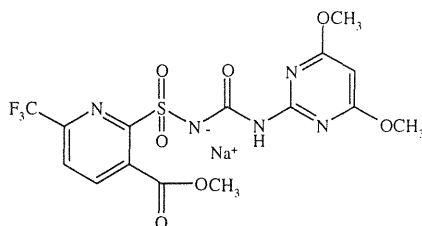
Flupyrsulfuron-methyl, Natriumsalz

CAS-Nr. 144740-54-5

C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>F<sub>3</sub>N<sub>5</sub>O<sub>7</sub>Na

M = 487,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,64 g/l bei pH 6



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley, P. A. deBernard, L. J. Mulcahey   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Thifensulfuron methyl, Metsulfuron methyl, Chlorsulfuron, Tribenuron methyl and DPX-KE459 in Soil, AMR 2480-92 (3. Oktober 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                             |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flupyrsulfuron-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 100 mM Ammoniumcarbonat-Lsg., Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an C-18- und Kieselgel-Kartusche, jeweils Elution mit Ethylacetat versetzt mit 0,1% Eisessig (v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flupyrsulfuron-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (245 nm), stationäre Phase: SB-Phenyl, Gradient: Acetonitril/Phosphatpuffer pH 2,7/pH 6,2  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 17%, n = 15) bei Zusätzen von 1 – 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Auch zur Bestimmung weiterer Sulfonylharnstoffe verwendbar  |



---

**Fluquinconazol**Methoden-Nr. 0845-B01

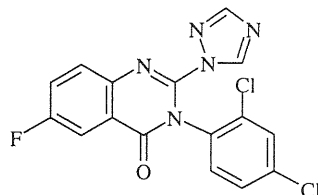
---

CAS-Nr. 136426-54-5

 $C_{16}H_{23}Cl_2FN_5O$ 

M = 376,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,15 mg/l (pH 6,6)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenprothrin, Fyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fluquinconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fluquinconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 9%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

**Flurochloridon**Methoden-Nr. 0654-B01

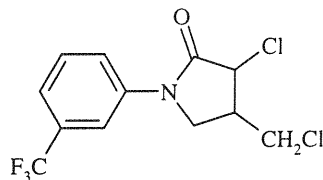
---

CAS-Nr. 61213-25-0

 $C_{12}H_{10}Cl_2F_3NO$ 

M = 312,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 40 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | D. B. Katague  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of R-40244 Residues in Soil and Water by Gas Chromatography, Report No. RRC 84-83 (12. November 1984)          |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stauffer Chemical Company, de Guigne Technical Center, Richmond, California, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flurochloridon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Toluol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an Aluminiumoxid (acid alumina), Elution mit Aceton/Hexan (15:85 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flurochloridon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND oder GC-ECD, Säule: Pyrex, 10% SP 2401 oder Pyrex 10% OV-101  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 15%, n = 26) bei Zusätzen von 0,05 und 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | In vier verschiedenen Böden traten zum Teil Blindwerte bis 0,1 mg/kg auf. Wiederfindungsraten sind um Blindwerte korrigiert. |

---

**Fluroxypyr**Methoden-Nr. 0666-B01

---

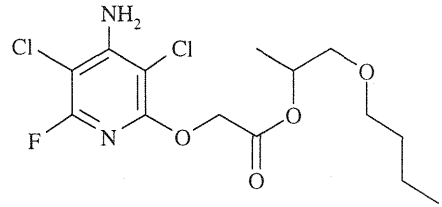
Fluroxypyr-2-Butoxy-1-methylethylester

CAS-Nr. 154486-27-8

 $C_{14}H_{19}Cl_2FN_2O_4$ 

M = 369,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 12,6 mg/l



---

|  |  |
|--|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                             | B. Clements, H. Macmillan  |
| <b>Zitat</b>                             | Determination of Fluroxypyr-BPE in Soil, ERC 95.28<br>(6. Februar 1996)  |
| <b>Prüflabor</b>                         | DowElanco Europe, Letcombe Laboratory, Letcombe Regis,<br>Wantage, Oxon, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Fluroxypyr-2-Butoxy-1-methylethylester   |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden (schluffiger toniger Lehm, sandiger toniger Lehm, Ton)   |
| <b>Extraktion</b>                        | Schütteln mit angesäuertem Aceton  |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | SPE auf C18-Phase unter Verwendung von Hexan/MTBE<br>(90:10 v/v), weitere Reinigung mittels SPE unter Verwendung<br>einer Kieselsäurephase |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Fluroxypyr-2-Butoxy-1-methylethylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | GC-ECD, Kapillare (0,53 mm) DB-5, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 84% (v = 4%, n = 16) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                        | 0,1 µg/kg  |

---

**Fluroxypyr**

---

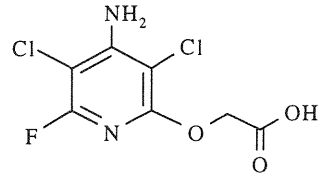
Methoden-Nr. 0666-B02

CAS-Nr. 69377-81-7

 $C_7H_5Cl_2FN_2O_3$ 

M = 255,0 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 91 mg/l (pH 7), 7,3 g/l (pH 9)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | J. M. H. Freeman, D. W. Smith   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Fluroxypyr Residues in Soil, ERC 83.15 (Oktober 1983)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Residue Laboratory, Development Group, Agricultural Research and Development, King's Lynn, Norfolk, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fluroxypyr (freie Säure)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit methanolischer Natronlauge  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Ansäuern Verteilung in Dichlormethan, anschließend in wäßrige Bikarbonatlösung, schließlich erneut in Dichlormethan, Umsetzung mit <i>n</i> -Butanol/Schwefelsäure, SPE auf Florisilsäule unter Verwendung von Dichlormethan/Hexan/Acetonitril (50:50:1 v/v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fluroxypyr-Butylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 5% OV-225 auf Diatomite CLQ   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80% (v = 9%, n = 13) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | 2,7 µg/kg   |

---

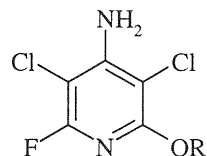
**Fluroxypyr**Methoden-Nr. 0666-B03

---

Metabolite Methoxypyridin (R = CH<sub>3</sub>) und  
3,5-Dichlorpyridinol (R = H)

C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>Cl<sub>2</sub>FN<sub>2</sub>O (C<sub>5</sub>H<sub>3</sub>Cl<sub>2</sub>FN<sub>2</sub>O)

M = 211,0 (197,0) g/mol



---

|   |   |
|---|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                         | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                                | M. G. Moore, T. E. Weglarz  |
| <b>Zitat</b>                                | Method Validation for GRM#92.16: Determination of Residues of (4-Amino-3,5-dichloro-6-fluoro-2-hydroxy) pyridine [3,5-Dichloropyridinol] and (4-Amino-3,5-dichloro-6-fluoro-2-methoxy)pyridine [Methoxypyridine] in Soil by Capillary Gas Chromatography/Mass Spectrometry, RES92001 (14. August 1992)  |
| <b>Prüflabor</b>                            | DowElanco, North American Environmental Chemistry Laboratory, Midland, Michigan, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                         | 3,5-Dichlorpyridinol, Methoxypyridin (Metabolite)   |
| <b>Probenmaterialien</b>                    | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                           | Schütteln (1 h) mit Aceton/0,1 M Salzsäure (90:10 v/v) nach Ultraschallbehandlung   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b>        | Verteilung wäßrige Phase/MTBE, Reinigung und Trennung der beiden Metabolite mittels SPE auf Amino-Propyl-Phase, Elution von Methoxypyridin mit MTBE, Elution von 3,5-Dichlorpyridinol mit Aceton/0,15 M Schwefelsäure (1:1 v/v), Umsetzung von 3,5-Dichlorpyridinol mit N,O-Bis(trimethylsilyl)acetamid |
| <b>Endbestimmung als Bestimmungsprinzip</b> | Trimethylsilylderivat des 3,5-Dichlorpyridinol, Methoxypyridin GC-MS (Derivat des 3,5-Dichlorpyridin: m/z 253, Methoxypyridin: m/z 210), Quarzkapillare DB5, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                    | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>                  | 3,5-Dichlorpyridinol: 87% (v = 21%, n = 46),<br>Methoxypyridin : 83% (v = 11%, n = 43) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                           | Nicht aufgetreten   |

---

**Flurprimidol**

---

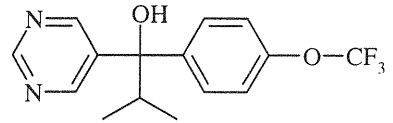
Methoden-Nr. 0912-B01

CAS-Nr. 56425-91-3

 $C_{15}H_{15}F_3N_2O_2$ 

M = 312,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,1 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | S. D. West, B. S. Rutherford, J. H. Weston  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Flurprimidol Residue in Soil and Soil/Grass Mixtures, AM-AA-CA-R058-AC-755 (13. Juni 1988) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Lilly Research Laboratories, Greenfield, Indiana, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flurprimidol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (4 verschiedene Böden)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen unter Rückfluß mit Methanol/Wasser (80:20 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Hexan, SPE an Aluminiumoxid Kartusche, Elution mit Dichlormethan/Methanol (75:25 v/v)      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flurprimidol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Säule: 1%SP-1000  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Im Mittel 70-89% (n = 48) bei Zusätzen von 0,01 - 2,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 30% der Bestimmungsgrenze   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Als Absicherungsmethode ist GC-MS geeignet.   |

---

**Flurtamone**

---

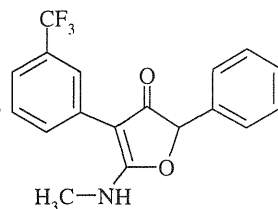
Methoden-Nr. 0913-B01

CAS-Nr. 96525-23-4

 $C_{15}H_{14}F_3NO_2$ 

M = 333,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,011 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclamrin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flurtamone  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v) und anschließend  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flurtamone  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 101% (v = 6%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

---

**Flusilazol**Methoden-Nr. 0769-B01

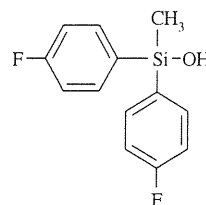
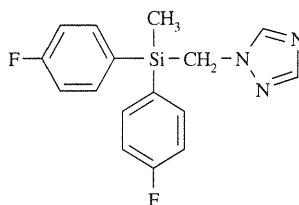
---

CAS-Nr. 85509-19-9

 $C_{16}H_{15}F_2N_3Si$ 

M = 315,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 54 mg/l

Metabolit F7321

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | M. Cicotti  |
| <b>Zitat</b>                         | GC-MS Determination of DPX-H6573 and its Metabolite IN-F7321 Residues in Soil, Study No. BG-5122-09-89-02 (9. Januar 1989)              |
| <b>Prüflabor</b>                     | Battelle Europe, Geneva Division, Carouge-Genf, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flusilazol, Metabolit F7321   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Ethylacetat unter Zusatz von Natronlauge  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser-Hexan, SPE unter Verwendung von NH <sub>2</sub> Bond Elut und Isopropanol/Ethylacetat/Hexan (3:7:90 v/v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flusilazol, Metabolit F7321   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SIM: m/z 235, 233, Quarzkapillare Polydimethylsiloxan, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Flusilazol: 105% (v = 23%, n = 16),<br>Metabolit F7321: 71% (v = 31%, n = 18) bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg                         |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



---

**Flusilazol**Methoden-Nr. 0769-B02

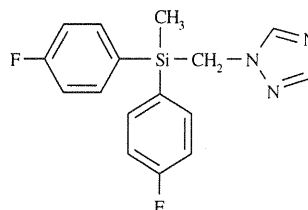
---

CAS-Nr. 85509-19-9

 $C_{16}H_{15}F_2N_3Si$ 

M = 315,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 54 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | R. A. Guinivan   |
| <b>Zitat</b>                         | Water, Soil, and Crop Residue Procedures for the Organosilicone Triazole Fungicide DPX-H6573, Doc. No. AMR-499-86 (13. April 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours, Agricultural Products Department, Research Division, Wilmington, Delaware, USA                           |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flusilazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/0,1 M Natronlauge (100:10 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Einengen Verteilung in Hexan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flusilazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, stationäre Phase: SP-2250 DB bzw. SP-2100 DB auf Supelcoport   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 4%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Flutriafol**Methoden-Nr. 0650-B01

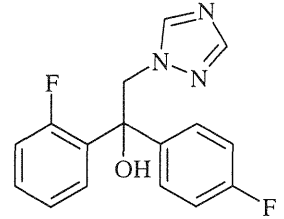
---

CAS-Nr. 76674-21-0

 $C_{16}H_{13}F_2N_3O$ 

M = 301 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 130 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Flutriafol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v) und anschließend  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Flutriafol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 10%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

**τ-Fluvalinat**

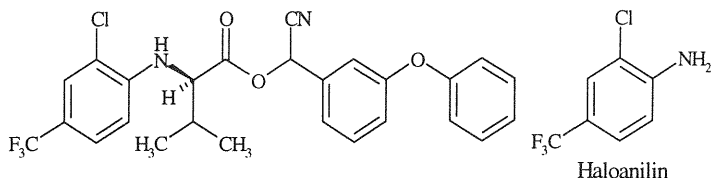
Methoden-Nr. 0894-B01

CAS-Nr. 102851-06-9

$C_{26}H_{22}ClF_3N_2O_3$

M = 502,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1 µg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | P. Hertl  |
| <b>Zitat</b>                         | Dissipation of Residues of tau-Fluvalinate from Field Soil after Application of Mavrik 2F (Mavrik Aquaflo) under Field Conditions in Germany, 1992, Report No. TDS BS 4360 (23. Februar 1994) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | τ-Fluvalinat, Haloanilin (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Unter Schütteln (jeweils 0,5 h) mit Methanol und anschließend mit Methanol/Wasser (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Flüssig-flüssig-Verteilung mit Dichlormethan nach Zugabe von $NaHCO_3$ , Einengen und Zusatz von Isooctan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | τ-Fluvalinat, Haloanilin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare XTI-5 oder DB-5, Splitless-Injektion oder mit Split (1:10)   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | τ-Fluvalinat: 90% (v = 13%, n = 5),<br>Haloanilin: 93% (v = 18%, n = 4)   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Es wird eine untere Grenze des praktischen Arbeitsbereichs von 0,01 mg/kg angegeben.  |

---

**Folpet**

---

Methoden-Nr. 0091-B01

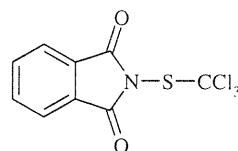
---

CAS-Nr. 133-07-03

 $C_9H_8Cl_3NO_2S$ 

M = 296,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,8 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | H.-G. Nolting, H. Köhle, J. Siebers, M. Blacha-Puller   |
| <b>Zitat</b>                         | Phthalimid-Verbindungen, Gaschromatographische Bestimmung, Methode S 26, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Folpet  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Hexan   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Florisil-Kartusche, Elution mit Hexan/Aceton (4:1 v/v), Gel-permeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Folpet  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule OV-1  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Fuberidazol**Methoden-Nr. 0214-B01

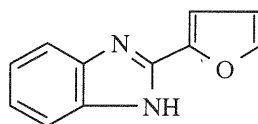
---

CAS-Nr. 3878-19-1

 $C_{11}H_8N_2O$ 

M = 184,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 71 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | W. Specht, H.-P. Thier  |
| <b>Zitat</b>                         | Organochlor- und Organophosphor-Verbindungen sowie stickstoffhaltige und andere Pflanzenschutzmittel, Methode S 19, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Laboratorium Dr. Specht und Dr. Winkelmann, Insitut für Rückstandsanalytik, Hamburg bzw. Arbeitsgruppe „Pestizide“ in der Fachgruppe „Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie“ der Gesellschaft Deutscher Chemiker   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fuberidazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Probe mit Aceton/Wasser (2:1 v/v unter Berücksichtigung des natürlichen Wassergehaltes der Probe) homogenisieren  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zusatz von NaCl Verteilung in Dichlormethan, Gelchromatographie (Bio Beads S-X3, Cyclohexan/Ethylacetat (1:1 v/v), Elutionsbereich 120 – 160 ml), weitere Reinigung auf Mini-Kieselgelsäule, Eluat 4   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fuberidazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, 1,5% OV-17 + 1,95% QF auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Keine Angaben   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 70% bei Zusätzen von 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Aufarbeitung sollte unter Lichtausschluß erfolgen.  |

---

**Fuberidazol**

---

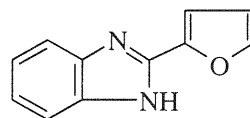
Methoden-Nr. 0214-B02

CAS-Nr. 3878-19-1

 $C_{11}H_8N_2O$ 

M = 184,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 71 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | W. Specht  |
| <b>Zitat</b>                         | Gas-chromatographic method for determining residues of the fungicides fuberidazol, fluotrimazole and triadimefon in plants and soil, Pflanzenschutz-Nachrichten Bayer, <b>30/1977</b> , 1, 55-71   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Handelslabor Dr. Körl und Dr. Specht, Hamburg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Fuberidazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisieren mit Aceton/Wasser (1:2,5, v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Aceton/Wasser/Dichlormethan, Florisilsäule, Elution mit Petrolether/Ethylacetat (6:4 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Fuberidazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, 1,5% OV 17 + 1,95% QF 1 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 - 75% bei Zusätzen von 0,02 – 2,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Extrakte, die Fuberidazol enthalten, sollten lichtgeschützt aufbewahrt werden.<br>Weitere Phasen, die für die gaschromatographische Trennung verwendet werden können: 3,8% SE 30 oder 10% DC 200 auf Chromosorb W-HP, 5% OV 101 auf Gas-Chrom Q. |

---

**Glufosinat** Methoden-Nr. 0651-B01

---

Glufosinat Ammoniumsalz

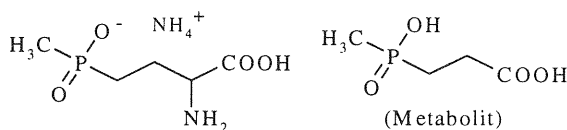
CAS-Nr. 77182-82-2

$C_3H_{15}N_2O_4P$

M = 198,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): > 1370 g/l

---



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | H. Sochor   |
| <b>Zitat</b>                         | Glufosinat, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 651, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 11. Lieferung 1991, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Produktentwicklung GB-C, Ökologie, Frankfurt/Main   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Glufosinat-ammonium, 3-Methylphosphinopropionsäure (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Probe mit Wasser homogenisieren und anschließend zentrifugieren   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugat zur Trockne eindampfen, Rückstand in Essigsäure suspendieren und mit Orthoessigsäuretrimethylester unter Rückfluß (4 h) kochen, Probe in Toluol überführen unter Entfernen von Essigsäure und überschüssigem Derivatisierungsreagenz, Reinigung über Mini-Kieselgelsäule unter Verwendung von Essigsäuremethylester/Methanol (1:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methyl-4-(methoxy)(methyl)phosphinoyl-2-acetamidobutyrat bzw. Methyl-3-(methoxy)(methyl)phosphinoylpropinoat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (P-Filter 526 nm), Quarzkapillare Carbowax 20 M, Splitless-Injektion   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Glufosinat 64 – 110%, Metabolit 72 – 107% bei Zusätzen von 0,05 – 10 mg/kg zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkung:</b>                    | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,05 mg/kg angegeben.   |

## Glyphosat

Methoden-Nr. 0405-B01

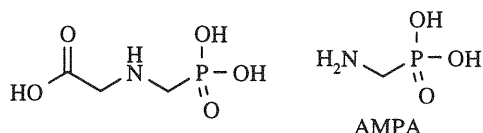
Glyphosat

CAS-Nr. 1071-83-6

$C_3H_8NO_5P$

M = 169,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 10,5 g/l (pH 2)



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | J. E. Cowell, P. J. Nord, M. A. Reding   |
| <b>Zitat</b>                         | Glyphosat, Hochdruck-flüssigchromatographische Bestimmung, Methode 405, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 10. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Monsanto, St. Louis, Mo., USA und Monsanto, Louvain-la-Neuve, Belgien  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Glyphosat, AMPA (Metabolit) (getrennte Bestimmung)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Ammoniaklösung unter Rühren (0,5 h), zentrifugieren, filtrieren   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Filtrate auf pH 2,0 einstellen, Reinigung an einem mit Eisen beladenen Chelex-100-Ligandenaustauscherharz, Entfernung von Eisenionen durch Chromatographie an Anionenaustauscherharz AG 1-X8                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Mittels Nachsäulenderivatisierung zunächst Oxidation von Glyphosat zum Amin und anschließend Umsetzung mit <i>o</i> -Phthaldialdehyd in Gegenwart von 2-Mercaptoethanol, bei Bestimmung von AMPA entfällt Oxidation      |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 325 + 360 nm, Emission 530 nm), stationäre Phase: Aminex A9, mobile Phase: Phosphatpufferlösung  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Glyphosat 80% (66 – 86%),<br>AMPA 73% (69 – 80%) bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |



---

**Glyphosat-trimesium**Methoden-Nr. 0901-B01

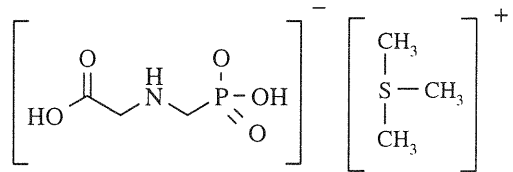
---

CAS-Nr. 81591-81-3

 $C_6H_{16}NO_5PS$ 

M = 245,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 kg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | P. Veal, N. J. Robinson, S. L. Hargreaves  |
| <b>Zitat</b>                         | Glyphosate-trimesium: Validation of an Analytical Method for the Determination of the Trimethylsulphonium cation ( $\text{TMS}^+$ ) in Apples, Grapes, Mushrooms, Pea Seed, Soil and Wheat Grain using Ion Chromatography with Mass Spectrometry in the Selected Reaction Monitoring Mode (IC-MS-MS), RJ 2236B (4. Februar 1997) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell Berkshire, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trimethylsulphoniumjodid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit KOH-Lösung (10% w/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von Kombination Envi-carb-Kohlenstoff-säule und C18-Phase, als Eluent 0,5 M HCl in Methanol   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trimethylsulphonium-Kation   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | IC-MS-MS: 1. m/z 77, 2. m/z 62, stationäre Phase: Dionex IonPac CS14, mobile Phase: 25 mM Methansulfonsäure  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 79% ( $v = 15\%$ , $n = 10$ ) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 30% der Bestimmungsgrenze  |

**Glyphosat-trimesium**

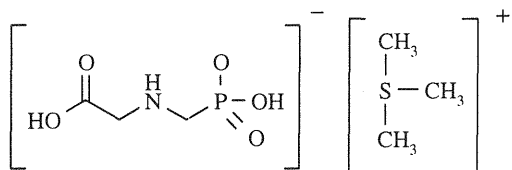
Methoden-Nr. 0901-B02

CAS-Nr. 81591-81-3

C<sub>6</sub>H<sub>16</sub>NO<sub>5</sub>PS

M = 245,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 kg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | Y. Iwata   |
| <b>Zitat</b>                         | Touchdown: Determination of Residues of the Trimethylsulfonium cation in Soil and Water by Gas Chromatography, RR 94-010B (28. Februar 1994)               |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Ag Products, Western Research Center, Environmental Chemistry Section, Richmond, CA, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trimethylsulfoniumjodid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit KOH-Lösung (10% w/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Behandlung mit Aktivkohle, Dealkylierung zu Dimethylsulfid durch Erhitzen auf 100 °C (1 – 2 h) in Gegenwart von Zinn(II)chlorid, Kaliumhydroxid und Toluol |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Dimethylsulfid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD, alternativ Schwefel-Chemolumineszenz-Detektor, Quarzsäule DB5 (0,53 mm), Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 6%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 – 5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | 6 µg/kg  |

**Guazatin**

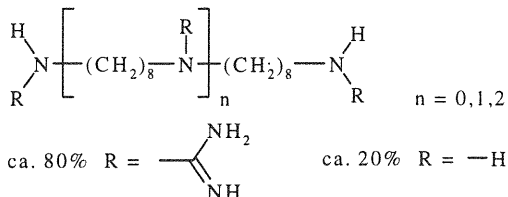
Methoden-Nr. 0449-B01

Mehrkomponentengemisch

CAS-Nr. 13516-27-3

M = ca. 536 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): mischbar



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | G. Fuchsbichler  |
| <b>Zitat</b>                         | Guazatine, Validierung, Methode-Nr. SOP 10026, Bericht-Nr. 2(3): HVA 20/93 (27. Januar 1994)                                       |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayerische Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft, Abteilung Rückstandsanalytik, Freising   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Guazatin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1 und 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Kationenaustauschersäule, Eluent Wasser/Eisessig (1:1 v/v), Derivatisierung unter Verwendung von Pyridin und Hexafluoracetylaceton |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 1,8-Diguanidino-octan  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SIM (m/z 244), Quarzkapillare DB-1, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91% (v = 16%, n = 15) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,05 mg/kg   |

---

**Haloxyfop**Methoden-Nr. 0911-B01

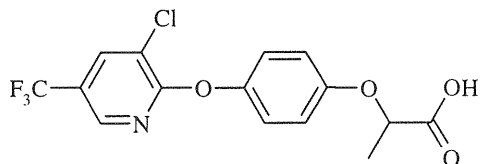
---

CAS-Nr. 69806-34-4

 $C_{15}H_{11}ClF_3NO_4$ 

M = 361,7g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 375 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | D. I. Iosson  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Haloxyfop Residues in soil, ERC 83.21 (Oktober 1983)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dow Chemical Company, Residue Laboratory, Development Group, Agricultural Research & Development, King's Lynn, Norfolk, England   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Haloxyfop (freie Säure)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren in methanolischer Natronlauge  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Ansäuern, Ausschütteln mit 1. Dichlormethan, 2. Natriumbicarbonat-Lösung., 3. Diethylether, Veresterung mit <i>n</i> -Butanol/Schwefelsäure, Ausschütteln mit Hexan, SPE an Florisil, Elution mit 20% Diethylether/Hexan (v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Haloxyfop-butylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Säule: OV-17  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 11%, n = 10) bei Zusätzen von 0,005 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

## Hexythiazox

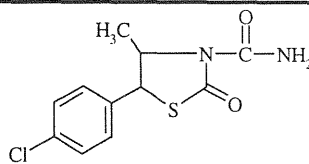
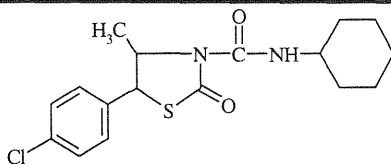
Methoden-Nr. 0779-B01

CAS-Nr. 78578-05-0

$C_{17}H_{21}ClN_2O_2S$

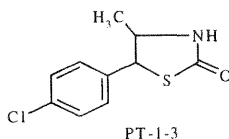
$M = 325,5 \text{ g/mol}$

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,1 mg/l



PT-1-2

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Nippon Soda  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for NA-73 and Its Metabolites Residues in Crop and Soil by High Performance Liquid Chromatograph, RD-8414 (30. Januar 1984)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Nippon Soda Co., Ltd., Tokio, Japan  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Hexythiazox, PT-1-2 (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Wasser/Methanol (2:8)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugat mit NaCl versetzen, Verteilung in Dichlormethan, Rückstand des Dichlormethanextraktes zur Trockne einengen, nach Zusatz von Methanol und Natronlauge Hydrolyse durch Kochen unter Rückfluß (20 Min.), Verteilung mit <i>n</i> -Hexan, Reinigung auf Aluminiumoxidsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | PT-1-3 [trans-5-(4-Chlorphenyl)-4-methyl-2-oxothiazolin]   |



PT-1-3

|                            |   |
|----------------------------|---|
| <b>Bestimmungsprinzip</b>  | HPLC-UVD (225 nm), stationäre Phase: Zorbax ODS, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (1:1 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>   | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b> | Hexythiazox: 90%, PT-1-2: 88% bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg                             |
| <b>Blindwerte</b>          | Keine Angaben   |

---

**Hymexazol**Methoden-Nr. 0607-B01

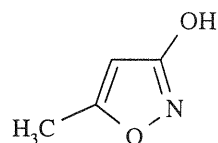
---

CAS-Nr. 10004-44-1

 $C_4H_5NO_2$ 

M = 99,15 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 85 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Sumitomo  |
| <b>Autor</b>                         | M. Nakagawa, M. Ishida  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Hymexazol Residue in Soil and Water (21. Januar 1980)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Environmental Chemistry Laboratory, Agricultural Chemicals Research Laboratories, Sankyo Co., Yasu, Shigaken, Japan   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Hymexazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisieren mit 0,3 M Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Diethylether, nach Verteilung in 2% $NaHCO_3$ -Lösung und Ansäuern Rückextraktion in Diethylether, Derivatisierung mit O,O-Diethylchlorthiophosphat, anschließend Florisilsäule, Elution mit Aceton/n-Hexan (15:85 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | O,O-Diethyl-O-(5-methyl-3-isoxazolyl)-thiophosphat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND oder GC-FPD, 3% OV-17 auf Chromosorb W   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 80%  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Es wird eine Nachweisgrenze von 0,05 mg/kg angegeben.  |

---

## Hymexazol

---

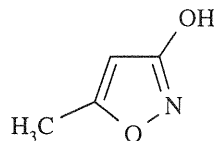
Methoden-Nr. 0607-B02

CAS-Nr. 10004-44-1

C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NO<sub>2</sub>

M = 99,15 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 85 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Sumitomo  |
| <b>Autor</b>                         | M. Nakagawa, M. Ishida  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for Hymexazol Residue in Soil and Water (21. Januar 1980)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Environmental Chemistry Laboratory, Agricultural Chemicals Research Laboratories, Sankyo Co., Yasu, Shigaken, Japan   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Hymexazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisieren mit 0,3 M Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Diethylether, nach Verteilung in 2% NaHCO <sub>3</sub> -Lösung und Ansäuern Rückextraktion in Diethylether, Methode B-1: keine Reinigung, Methode B-2: Kieselgel-Celite-Säule, Elution mit Eisessig/Diethylether (0,5:99,5 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Hymexazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, 3% FFAP auf Shimalite (B-1), 6% PEG 20 M auf Anakrom (B-2)  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 90%  |
| <b>Blindwerte</b>                    | B-1: < 0,01 mg/kg; B-2: < 0,03 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Es wird eine Nachweisgrenze von 0,04 mg/kg für Methode B-1 und von 0,1 mg/kg für Methode B-2 angegeben. Bei etwa 170°C entsteht aus Hymexazol in einer Umlagerungsreaktion 5-Methyl-4-oxazolin-2-on. Daher müssen die gaschromatographischen Bedingungen entsprechend angepaßt werden, so daß die Reaktion nicht (Methode B-1, Injektor- und Säulentemperatur 150°C) bzw. vollständig abläuft (Methode B-2, Injektortemperatur 250°C). Das Umlagerungsprodukt tritt auch als Metabolit in Boden auf und wird deshalb in der Methodenvariante B-2 durch Säulenchromatographie abgetrennt. |

---

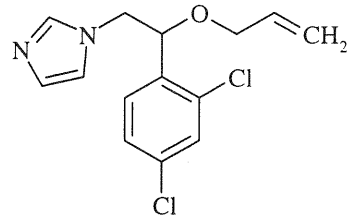
**Imazalil**Methoden-Nr. 0448-B01

---

CAS-Nr. 35554-44-0

 $C_{14}H_{14}Cl_2N_2O$ 

M = 297,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 180 mg/l (pH 7,6)  
10,0 g/l (pH 4,9)

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Rückstandsbestimmung von Imazalil in Getreide (Körner, Stroh), Boden und Wasser, RU 516/12/V (16. Juli 1980)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Celamerck, Ingelheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Imazalil  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Aceton/Wasser (9:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Aceton abdestillieren, Verteilung zwischen wäßriger Phase und Benzin, Überführung in Toluol/Essigsäureethylester, ggf. weitere Reinigung auf Aluminiumoxidsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Imazalil  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 1% Poly A 103 + 1% Triton X 100 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |



---

**Imidacloprid**Methoden-Nr. 0866-B01

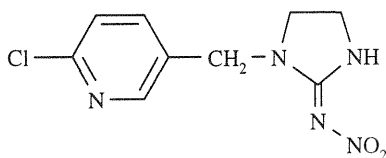
---

CAS-Nr. 105827-78-9

 $C_9H_{10}ClN_5O_2$ 

M = 255,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 510 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur hochdruckflüssigkeitschromatographischen Bestimmung des Insektizides NTN 33893 in Boden, RA-559/89 (7. Juli 1989)                        |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Forschung, Chemische Produktentwicklung und Ökobiologie, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Imidacloprid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2 und 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (17 h) mit Acetonitril/Wasser (8:2 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säulenchromatographie unter Verwendung von Chem Elut CE 2050 und Dichlormethan als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Imidacloprid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (270 nm), stationäre Phase: LiChrospher 60, mobile Phase: Natriumdihydrogenphosphat in Wasser/Acetonitril, Gradientenelution                |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 82% (v = 12%, n = 18) bei Zusätzen von 0,01 – 0,25 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**4-(3-Indol)buttersäure**

---

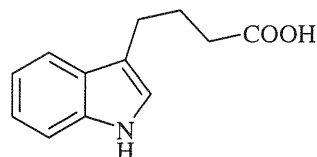
Methoden-Nr. 0145-B01

CAS-Nr. 133-32-4

 $C_{12}H_{13}NO_2$ 

M = 203,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): praktisch unlöslich



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Pharmatox  |
| <b>Autor</b>                         | Hessenauer, U. Dietz   |
| <b>Zitat</b>                         | Entwicklung einer Analysenmethode für 4-(3-Indolyl-)buttersäure für Boden- und Wasserproben, Nr. UAZ 9671222/1 (29. Januar 1996) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Landesgewerbeanstalt Bayern, Bereich Umweltschutz, Analytikzentrum, Nürnberg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | 4-(3-Indol)buttersäure   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Pufferlösung 0,7 M Kaliumhydroxid und 0,007 M Kaliumacetat   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 4-(3-Indol)buttersäure-K   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (285 nm), stationäre Phase: LiChrospher 100, mobile Phase: Dinatriumhydrogenphosphat-Lösung/Methanol (55:45 v/v)         |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,037 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 3%, n = 19) bei Zusätzen von 0,037 – 0,37 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,010 mg/kg  |

---

### 3-Indolessigsäure

---

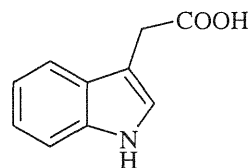
Methoden-Nr. 0144-B01

CAS-Nr. 87-51-4

C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>2</sub>

M = 175,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,5 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhizopon   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Entwicklung einer Analysenmethode für 3-Indolessigsäure für Boden- und Wasserproben, UAZ 9671222/3 (30. Januar 1996)                       |
| <b>Prüflabor</b>                     | LGA (Landesgewerbeanstalt Bayern), Bereich Umweltschutz, Analytikzentrum   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Indolessigsäure  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Puffer: 0,7 M Kaliumhydroxid und 7 mM Kaliumacetat   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Indolessigsäure-K  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung: 285 nm, Emission: 365 nm), stationäre Phase: LiChrosphere 100, mobile Phase: Phosphatpuffer pH 8,5/Methanol (55:45 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,03 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 5%, n = 19) bei Zusätzen von 0,03 – 0,3 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |

**Ioxynil**

Methoden-Nr. 0212-B01

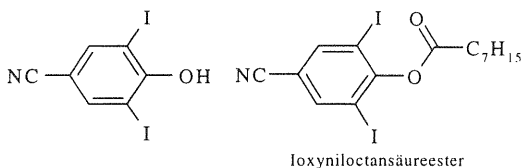
Ioxynil (Ioxyniloctansäureester)

CAS-Nr. 1689-83-4 (3861-47-0)

$C_7H_3I_2NO$  ( $C_{15}H_{17}I_2NO_2$ )

M = 370,9 (497,1) g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4 g/l ( $< 5 \times 10^{-7}$  g/l bei 23 °C)



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Agrotec   |
| <b>Autor</b>                         | G. Fuchsbichler   |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Ioxynil- und Bromoxynil-Rückständen sowie der entsprechenden Octanoate im Boden (15. Dezember 1987)        |
| <b>Prüflabor</b>                     | Technische Universität München, Bayerische Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft, Freising/Weihenstephan                                    |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ioxynil, Ioxyniloctansäureester   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (16 h) mit Methanol und Ammoniak konz.  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit Diazomethan, Überführung in Hexan, Reinigung über Kieselgelsäule unter Verwendung von Ethylacetat/Hexan (50:50 v/v) als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ioxynilmethylether  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 1,5% OV 17 + 1,95% OV 210 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Ioxynil: 96% (v = 14%, n = 8) bei Zusätzen von 0,05 – 10 mg/kg, Ioxyniloctansäureester: 97% (v = 20%, n = 3) bei Zusätzen von 0,02 – 15 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Bromoxynil (s. Methode Nr. 0264-B01)   |

---

**Ioxynil**Methoden-Nr. 0212-B02

---

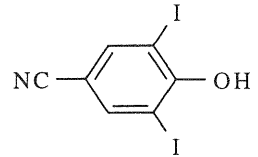
Ioxynil

CAS-Nr. 1689-83-4

 $C_7H_3I_2NO$ 

M = 370,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | W. Keller   |
| <b>Zitat</b>                         | Ioxynil, Gaschromatographische Bestimmung, Methode Nr. 203 (Dezember 1982)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ioxynil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit 80%igem Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Natronlauge und Dichlormethan, nach Ansäuern der wäßrigen Phase erneute Verteilung mit Dichlormethan, Umsetzung mit Diazomethan, Überführung in <i>n</i> -Hexan, Reinigung über Kieselsäule, Elution mit <i>n</i> -Hexan/Aceton (9:1 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ioxynilmethylether  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 5% DC 200 auf Chromosorb G AWDMCS   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 3%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Ioxynil**Methoden-Nr. 0212-B03

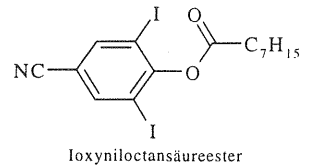
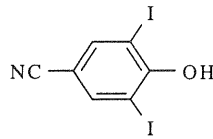
---

Ioxynil (Ioxyniloctansäureester)

CAS-Nr. 1689-83-4 (3861-47-0)

 $C_7H_3I_2NO$  ( $C_{15}H_{17}I_2NO_2$ )

M = 370,9 (497,1) g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4 g/l ( $< 5 \times 10^{-7}$  g/l bei 23 °C)

Ioxyniloctansäureester

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H.-G. Nolting, J. Siebers, M. Blacha-Puller  |
| <b>Zitat</b>                         | Bromoxynil, Ioxynil, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 264-(212), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 10. Lieferung 1989, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Ioxynil, Ioxyniloctanoat   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit methanolischer Kalilauge, Filtrat mit Wasser versetzen und im Rotationsverdampfer einengen   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Phase pH 1-2 und Dichlormethan, organische Phase im Rotationsverdampfer zur Trockne einengen, Rückstand in Methanol aufnehmen und mit Diazomethan umsetzen, SPE unter Verwendung einer Florisilsäule und <i>n</i> -Hexan/Toluol (2:8 v/v) als Eluent, Überführung in Isooctan |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Ioxynilmethylether   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare OV-1, On-Column-Injektion, alternativ Glassäule 7,5% DC-200 + 7,5% QF-1 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (68 – 99%) bei Zusätzen von Ioxyniloctanoat von 0,05 – 10 mg/kg zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode auch geeignet zur Bestimmung von Bromoxynil (s. Methode Nr. 0264-B02)  |

---

**Iprodion**

---

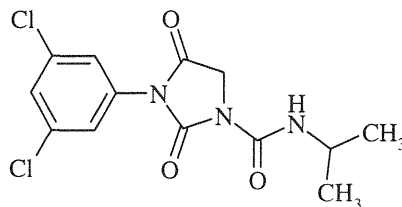
Methoden-Nr. 0419-B01

CAS-Nr. 36734-19-7

 $C_{13}H_{13}Cl_2N_3O_3$ 

M = 330,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 13 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | W. D. Weinmann, H.-G. Nolting  |
| <b>Zitat</b>                         | Iprodion (Glycophen), Gaschromatographische Bestimmung, Methode 419, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 5. Lieferung 1979, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Iprodion   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton (1 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat nach Zusatz von Wasser und NaCl mit Dichlormethan extrahieren, Reinigung über Florisilsäule unter Verwendung von Dichlormethan/Essigsäureethylester als Eluent   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Iprodion   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 10% DC-200 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85 – 95% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkung:</b>                    | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,01 mg/kg angegeben.  |

---

**Isofenphos**Methoden-Nr. 0408-B01

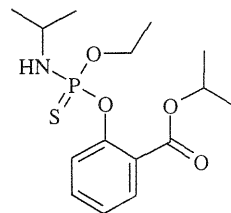
---

CAS-Nr. 25311-71-1

 $C_{15}H_{24}NO_4PS$ 

M = 345,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 18 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | K. Wagner  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung von ®Oftanol-Rückständen in Pflanzen, Boden und Wasser, Pflanzenschutznachrichten Bayer <b>29</b> (1), 67-80, 1976 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Isofenphos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Wiederholte Extraktion mit Chloroform, im Rotationsverdampfer zur Trockne einengen und in Aceton aufnehmen   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Isofenphos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Glassäulen alternativ mit 15% DC 200, 10% DC 200 + 1,5% QF1, 6% QF1 oder 10% OV17 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |



---

**Isoproturon**Methoden-Nr. 0411-B01

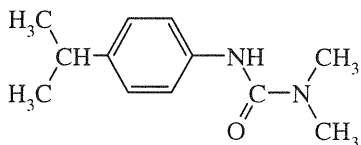
---

CAS-Nr. 34123-59-6

 $C_{12}H_{18}N_2O$ 

M = 206,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 65 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Isoproturon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Isoproturon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 106% ( $S_R = 10\%$ ) bei Zusätzen von 0,04 und 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere alternative Reinigungsverfahren werden beschrieben.  |

---

**Isoxaben**Methoden-Nr. 0674-B01

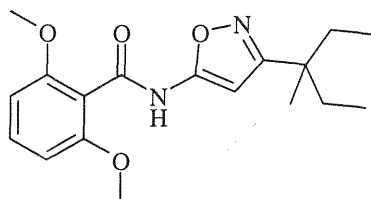
---

CAS-Nr. 82558-53-7

 $C_{18}H_{24}N_2O_4$ 

M = 332,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | B. S. Rutherford, F. L. Powers, L. G. Turner, J. J. Ulmer   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of EL-107 and/or its Soil Metabolite in Soil and Soil/Turf Samples, AM-AA-CA-RO42-AD-755 (31. Juli 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Lilly Research Laboratories, Division of Eli Lilly and Company, Greenfield, Ind., USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Isoxaben, N-[3-(1-Hydroxy-1-methylpropyl)-5-isoxazolyl]-2,6-dimethoxybenzamid (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand, Lehm, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit Methanol/Wasser (80:20)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in wäßriger Kochsalzlösung/Dichlormethan, Säulenchromatographie unter Verwendung einer Aluminiumoxid-Säule und Dichlormethan/Methanol (99:1 v/v) als Eluent für Isoxaben bzw. Dichlormethan/Methanol (97:3 v/v) als Eluent für den Metaboliten |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Isoxaben bzw. N-[3-(1-Hydroxy-1-methylpropyl)-5-isoxazolyl]-2,6-dimethoxybenzamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: Spherisorb ODS 11, mobile Phase: Methanol/Wasser (70:30 v/v) für Isoxaben und Methanol/Wasser (40:60 v/v) für N-[3-(1-Hydroxy-1-methylpropyl)-5-isoxazolyl]-2,6-dimethoxybenzamid                                    |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,025 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Isoxaben: 100% (v = 6%, n = 57),<br>N-[3-(1-Hydroxy-1-methylpropyl)-5-isoxazolyl]-2,6-dimethoxybenzamid: 76% (v = 11%, n = 67) bei Zusätzen von 0,025 und 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Kresoxim-methyl**Methoden-Nr. 0904-B01

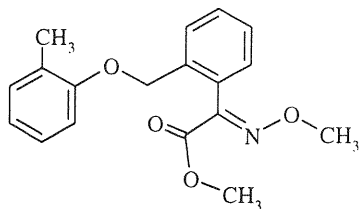
---

CAS-Nr. 143390-89-0

 $C_{18}H_{19}NO_4$ 

M = 313,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,0 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF  |
| <b>Autor</b>                         | A. J. Krotzky   |
| <b>Zitat</b>                         | Analysis of BASF-Strobilurin BAS 490 F and its Metabolite BF 490-1 in Soil by Gas-Chromatography, BASF 94/10477 (27. Juni 1994)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Environmental Chemistry, Residue Analysis, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Kresoxim-methyl, BF 490-1 (freie Säure, Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Zugabe von Phosphatpuffer pH 11,0 und Erhitzen auf 95°C (1,5 h) unter Rühren, dadurch Hydrolyse von Kresoxim-methyl mit Extraktion des vorhandenen und des entstandenen BF-490-1  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE unter Verwendung von Extrelut-Säule C18 und Ethylacetat als Eluent, weitere Reinigung an SPE-C18-Säule, Rückstand des Eluats mit Methanol/konz. Schwefelsäure (9:1 v/v) bei 60°C (45 Min.) umsetzen, erneut SPE auf C18-Säule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Kresoxim-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillare DB 1701, Split-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 8%, n = 24) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Kresoxim-methyl**Methoden-Nr. 0904-B02

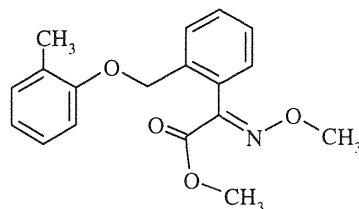
---

CAS-Nr. 143390-89-0

 $C_{18}H_{19}NO_4$ 

M = 313,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 2,0 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Kresoxim-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Kresoxim-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 101% (v = 5%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 3 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

**Kupfersulfat, basisch**Methoden-Nr. 0755-B01

---

CAS-Nr. 1332-14-5

 $\text{H}_6\text{Cu}_4\text{O}_{10}\text{S} \times 0,5 \text{ H}_2\text{O}$  $3 \text{ Cu}(\text{OH})_2 \times \text{CuSO}_4 \times \frac{1}{2} \text{ H}_2\text{O}$ 

M = 461,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): unlöslich

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Nufarm  |
| <b>Autor</b>                         | A. Zohner   |
| <b>Zitat</b>                         | Bericht Nr. 899, Methode zur Bestimmung von Kupfer-Rückständen in Boden (August 1987)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Chemie Linz AG, Entwicklung Pflanzenschutz, Linz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | $\text{Cu}^{2+}$ (säurelöslich)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen mit 10%iger Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | -   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Kupfer  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | AAS (324,7 nm)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 mg Cu / kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 108% ( $v = 17\%$ , $n = 10$ ) bei Zusätzen von 5 bis 100 mg Cu / kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | In zwei Böden 5,6 mg/kg bzw. 22,4 mg/kg.<br>Der natürliche Kupfergehalt des Bodens variiert stark. In alten Weinkultur-Böden kann der Kupferanteil über 300 mg/kg betragen. |

---

**MCPA**Methoden-Nr. 0074-B01

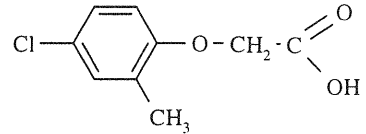
---

CAS-Nr. 94-74-6

 $C_9H_9ClO_3$ 

M = 200,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 650 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stähler   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym  |
| <b>Zitat</b>                         | Rückstandsanalysemethode zur Bestimmung von MCPA in Bodenproben gem. Merkblatt 36, RU 0487  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stähler Agrochemie GmbH & Co. KG, Stade   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | MCPA  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (2 h) mit 10%iger methanolischer KOH  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen des Extraktes und Ansäuern mit konz. Schwefelsäure auf pH < 1, Extraktion mit <i>n</i> -Hexan, Einengen des Extraktes bis zur Trockne und Umsetzung mit Bortrichlorid/2-Bromethanol (10 Min. bei 90°C), Verteilung zwischen Natriumsulfatlösung und <i>n</i> -Hexan, SPE unter Verwendung von Florisilsäulen und 5% Diethylether in <i>n</i> -Hexan als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | MCPA-bromethylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule, 1% OV 17 + 2% OV 210 auf Gaschrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 8%) bei Zusätzen von 0,05 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze   |

---

**MCPA**

---

Methoden-Nr. 0074-B02

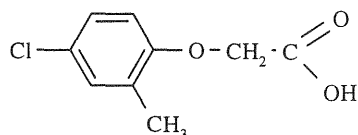
---

CAS-Nr. 94-74-6

 $C_9H_9ClO_3$ 

M = 200,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 650 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Stähler  |
| <b>Autor</b>                         | F. Kost  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode - MCPA - im Boden, RU 0688   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stähler Agrochemie GmbH & Co. KG, Stade  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | MCPA   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen des Extraktes und Ansäuern mit Salzsäure auf pH < 2, Extraktion mit Dichlormethan, Einengen des Extraktes bis zur Trockne und Umsetzung mit Pentafluorbenzylbromid (30 Min. bei 50°C), SPE unter Verwendung einer mit Kieselgel 60 gefüllten Säule und Toluol/n-Hexan (70:30 v/v) und Toluol als Eluenten |
| <b>Endbestimmung als</b>             | MCPA-pentafluorbenzylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare 5% Phenylmethylsilikon, Split 1:50  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (89 – 101%) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < Bestimmungsgrenze  |

---

**MCPA**Methoden-Nr. 0074-B03

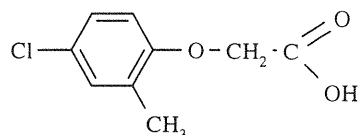
---

CAS-Nr. 94-74-6

 $C_9H_9ClO_3$ 

M = 200,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 650 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | N. Tilting   |
| <b>Zitat</b>                         | Mecoprop, MCPA – Boden, GC-MS Bestimmung über Phenoxy-alkancarbonsäuremethylester, Methodenergänzung 173/2 (23. Juni 1988)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | MCPA und Ester   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2 und 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit 80 %igem Methanol  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Alkalische Verseifung (zur Erfassung von Estern), Veresterung mit methanolischer Schwefelsäure, SPE unter Verwendung einer mit Kieselgel gefüllten Säule und <i>n</i> -Hexan/Essigester (90:10 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | MCPA-methylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, m/z 214, 216, Quarzkapillare DB 5, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 10%, n = 16) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Proben dürfen nach der Säulenreinigung nicht im Laufmittel gelagert werden.  |



## Mecoprop-P

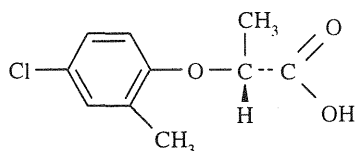
Methoden-Nr. 0772-B01

CAS-Nr. 16484-77-8

$C_{10}H_{11}ClO_3$

$M = 214,6 \text{ g/mol}$

Wasserlöslichkeit (20 °C): 860 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | CFPI  |
| <b>Autor</b>                         | J. Brodsky  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Residues of Mecoprop-P Butoxyethyl Ester in Soil by Gas Chromatography with Mass Spectrometric Detection, BE-A-134-SOI-1 (18. Juni 1993) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Battelle Europe, Battelle-Institut e.V., Product Registration & Evaluation, Frankfurt am Main   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Mecoprop-P-butoxyethylester, Mecoprop-butoxyethylester, entsprechende freie Säuren  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1 und 2.2, lehmiger Schluff)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Hydrolyse durch Schütteln (2 h) mit 1 M wäßriger KOH/Methanol (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der angesäuerten wäßrigen Phase mit Ethylacetat, Veresterung mit Methanol/Schwefelsäure, Aufnahme des Esters mit Ethylacetat                   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Mecoprop-methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS (m/z 169), Quarzsäule DB-1301, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 11%, n = 21) bei Zusätzen der Octanoate von 0,01 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 3,4 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode ist auch geeignet zur Bestimmung der freien Säure. Es erfolgt keine Unterscheidung zwischen optischen Isomeren und Racematen.                     |

---

**Metalaxyl**

---

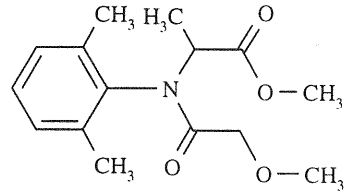
Methoden-Nr. 0517-B01

CAS-Nr. 57837-19-1

 $C_{15}H_{21}NO_4$ 

M = 279,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,4 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | K. Ramsteiner, W. D. Hörmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Metalaxyl, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 517, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 7. Lieferung 1984, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim                               |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Division Agro, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metalaxyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mit Methanol im Heißextraktor (2 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt nach Zugabe von Natriumchlorid-Lösung mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen, säulenchromatographische Reinigung an Aluminiumoxid unter Verwendung von Diethylether/ <i>n</i> -Hexan (1:1 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metalaxyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 3% Carbowax 20 M auf Gas-Chrom Q  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% (v = 15%) bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0.02 mg/kg angegeben.   |

---

**Metalaxyl**Methoden-Nr. 0517-B02

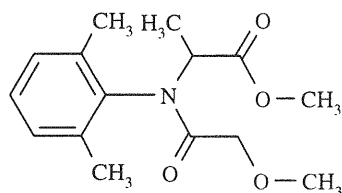
---

CAS-Nr. 57837-19-1

 $C_{15}H_{21}NO_4$ 

M = 279,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,4 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | K. Ramsteiner  |
| <b>Zitat</b>                         | CGA 48988 and CGA 62826: Gas Chromatographic Residue Determination of CGA 48988 and its Main Metabolite CGA 62826 in Soil. (Provisional), REM 7/77 (6. April 1977)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba Geigy, Agrochemicals Division   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metalaxyl (Methylester, CGA 48988)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol/Boratpuffer (pH 10) (1:1, v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Dichlormethan, Aluminiumoxidsäule, Elution mit <i>n</i> -Hexan/Diethylether (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metalaxyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, 5% Carbowax 20M auf Gas Chrom Q   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 12%, n = 17) bei Zusätzen von 0,05 bis 0,5 mg/kg für Metalaxyl  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Für die Wiederfindungsraten sind keine Einzelwerte angegeben. Zur Bestimmung des CGA 62826 (freie Säure) ist vor der Aufreinigung mit Aluminiumoxidsäule eine Derivatisierung mit Diazomethan erforderlich (Wiederfindungsrate 80%). |

---

**Metaldehyd**

---

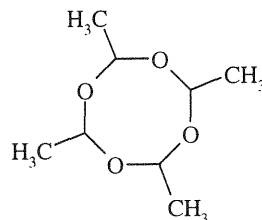
Methoden-Nr. 0151-B01

CAS-Nr. 108-62-3

 $C_8H_{16}O_4$ 

M = 176,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 188 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Lonza  |
| <b>Autor</b>                         | R. Haulsee, M. Mathis  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Metaldehyde in Soil, EN-CAS Method No. ENC-2/91 (11. Januar 1991) |
| <b>Prüflabor</b>                     | EN-CAS Analytical Laboratories, Winston-Salem, North Carolina, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metaldehyd   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (15 Min.) mit Dichlormethan  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin in 6 M HCl   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2,4-Dinitrophenylhydrazon des Acetaldehyds   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare DB-17, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 111% (v = 21%, n = 17) bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg   |

---

**Metam**

---

Methoden-Nr. 0113-B01

---

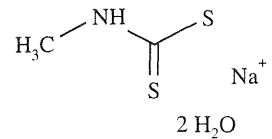
Metam-Natrium (Dihydrat)

CAS-Nr. 6734-80-1

 $C_2H_8NNaO_2S_2$ 

M = 165,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 722 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | C. Wienhold  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical method for the determination of methylisothiocyanate in soil (32866/13), Schering Report UPSR 21/86 (3. Juli 1986)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering, PF-Environment, Product Safety and Registrations, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methylisothiocyanat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Diethylether   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methylisothiocyanat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD, Kapillarsäule CP Wax 57 CB   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 21%, n = 15) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Eine Direktbestimmung von Metam-Natrium ist wegen der Instabilität des Wirkstoffes nicht sinnvoll, der Nachweis erfolgt daher über den Hauptmetaboliten Methylisothiocyanat. |

---

**Metam**

---

Methoden-Nr. 0113-B02

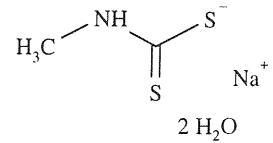
Metam-Natrium (Dihydrat)

CAS-Nr. 6734-80-1

 $C_2H_8NNaO_2S_2$ 

M = 165,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 722 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | P. Beutel  |
| <b>Zitat</b>                         | Methylsenfö. Gaschromatographische Bestimmung. Boden, Wasser und Kartoffeln, Methode Nr. 139 (September 1978)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF, Landwirtschaftliche Versuchsstation Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methylisothiocyanat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasserdampfdestillation  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Derivatisierung mit Sarkosinethylester, nach Ansäuern Verteilung in Chloroform   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 1,3-Dimethylimidazolidin-2-thion-5-on  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND oder FPD (S-mode), 5% Carbowax 20 M auf Chromosorb Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 78% (v = 9%, n = 16) bei Zusätzen von 0,05 – 50 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Eine Direktbestimmung von Metam-Natrium ist wegen der Instabilität des Wirkstoffes nicht sinnvoll, der Nachweis erfolgt daher über den Hauptmetaboliten Methylisothiocyanat. |

---

**Metamitron**

---

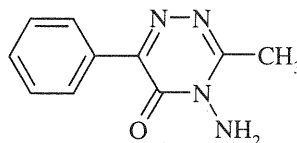
Methoden-Nr. 0456-B01

CAS-Nr. 41394-05-2

 $C_{10}H_{10}N_4O$ 

M = 202,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,7 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbächer, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metamitron   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metamitron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,2 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 109% ( $S_R = 9\%$ ) bei Zusätzen von 0,2 und 2,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Metazachlor**Methoden-Nr. 0617-B01

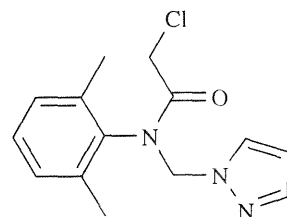
---

CAS-Nr. 67129-08-2

 $C_{14}H_{16}ClN_3O$ 

M = 277,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,45 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | W. Keller  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Bestimmung von Metazachlor im Boden  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Agrarforschung und Entwicklung, Umweltforschung, Rückstandsanalytik, Methode 293 (Mai 1989) |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metazachlor  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | 1% Natriumhydrogencarbonat-Lösung/Toluol (1:1 v/v), Schütteln  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an Kieselgel, Elution mit Toluol/Diethylether (9:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metazachlor  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Säule: SE-54   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 11%, n = 24) bei Zusätzen von 0,01 – 5,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Als Absicherungsmethode ist die Bestimmung mit GC-PND beschrieben.                                   |



---

**Metconazol**Methoden-Nr. 0945-B01

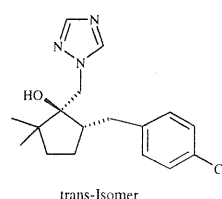
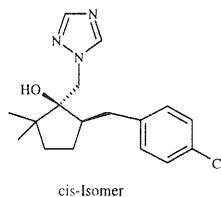
---

CAS-Nr. 125116-23-6

 $C_{17}H_{22}ClN_3O$ 

M = 319,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 30,4 mg/l (Gem.)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule DB-1  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% (v = 8%, n = 10) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Methamidophos**

---

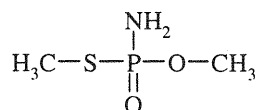
Methoden-Nr. 0365-B01

CAS-Nr. 10265-92-6

 $C_2H_8NO_2PS$ 

M = 141,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): sehr leicht löslich



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff   |
| <b>Zitat</b>                         | Methamidophos, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 365, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 4. Lieferung 1976, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim                               |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methamidophos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat mit <i>n</i> -Hexan extrahieren, Hexanphase verwerfen, Wasser/Aceton-Lösung mit NaCl versetzen und mit Chloroform und nachfolgend mit Chloroform/Aceton (9:1 v/v) extrahieren, nach Abdampfen des Lösungsmittels Aufnahme in Aceton |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methamidophos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Glassäule 8% Reoplex + 2% QF-1 auf Gaschrom Q  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80 – 100% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Es wird eine Nachweisgrenze von 0,01 mg/kg angegeben. Aufarbeitung und Messung sollen möglichst innerhalb eines Tages erfolgen.   |

---

**Methidathion**Methoden-Nr. 0232-B01

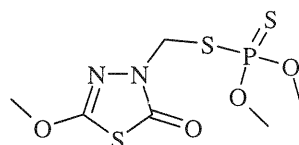
---

CAS-Nr. 950-37-8

 $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$ 

M = 302,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 250 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | K. Ramsteiner  |
| <b>Zitat</b>                         | Methidathion, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 232, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 2. Lieferung 1972, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy, Division Agrarchemie, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methidathion   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methanolextrakt wird mit Natriumchloridlösung versetzt und mit Dichlormethan reextrahiert, Reinigung über Aluminiumoxidsäule unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Diethylether (95:5 v/v) als Eluent         |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methidathion   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 0,5% XE 60 auf Chromosorb G  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 18%, n = 41) bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Methidathion**

---

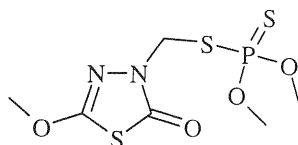
Methoden-Nr. 0232-B02

CAS-Nr. 950-37-8

 $C_6H_{11}N_2O_4PS_3$ 

M = 302,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 250 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | D. O. Eberle, W. D. Hörmann   |
| <b>Zitat</b>                         | Fate of S-[(2-Methoxy-5-oxo- $\Delta^2$ -1,3,4-thiadiazolin-4-yl)methyl]-O,O-dimethyl Phosphorodithioate (Supracide) in Field-Grown Agricultural Crops and Soil, Journal of the AOAC <b>54</b> (1), 150-159, 1971 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy, Analytical Department, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methidathion  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (12 h) mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methanolextrakt wird mit Natriumchloridlösung versetzt und mit Dichlormethan reextrahiert, Reinigung über Aluminiumoxidsäule unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Diethylether (95:5 v/v) als Eluent              |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methidathion  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, alternativ Elektrolytleitfähigkeitsdetektor, Glassäule 3% OV-17 auf Chromosorb G  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% bei Zusätzen von 0,01 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Es werden dünnschichtchromatographische Methoden zur Bestimmung des O-Analogen von Methidathion und von 2-Methoxy-5-oxo- $\Delta^2$ -1,3,4-thiadiazolin beschrieben.  |

**Methiocarb**

Methoden-Nr. 0079-B01

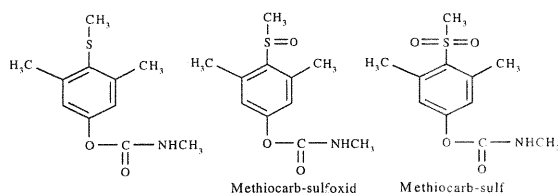
Synonym: Mercaptodimethur

CAS-Nr. 2032-65-7

$C_{11}H_5NO_2S$

M = 225,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 27 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | G. Dräger   |
| <b>Zitat</b>                         | Mercaptodimethur, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 79-A, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 3. Lieferung 1974, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim                             |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Methiocarb, Methiocarb-sulfoxid, Methiocarb-sulfon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Salzsäure Extraktion mit Chloroform, Einengen des Chloroformextraktes, Aufnahme des Rückstandes in Aceton und Ausfällen von Störstoffen, Oxidation mit Kaliumpermanganat, Silylierung mit Bis-trimethylsilyl-trifluoracetamid |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Silylderivate   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (394 nm), Glassäule 5% DC-200 auf Gaschrom Q   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 70% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen und tierischen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Nachweisgrenze wird mit 0,03 mg/kg angegeben.  |

---

**Metobromuron**Methoden-Nr. 0217-B01

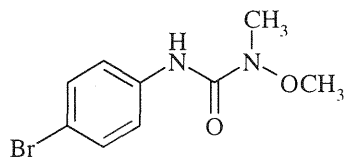
---

CAS-Nr. 3060-89-7

 $C_9H_{11}BrN_2O_2$ 

M = 259,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 330 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metobromuron   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metobromuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 110% ( $S_R = 11\%$ ) bei Zusätzen von 0,04 und 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Metolachlor**

---

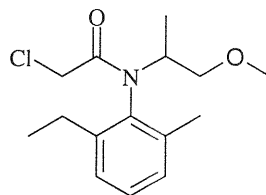
Methoden-Nr. 0422-B01

CAS-Nr. 51218-45-2

 $C_{15}H_{22}ClNO_2$ 

M = 283,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,76 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metolachlor  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metolachlor  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,2 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 108% ( $S_R = 9\%$ ) bei Zusätzen von 0,2 und 2,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Metolachlor**Methoden-Nr. 0422-B02

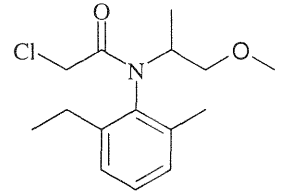
---

CAS-Nr. 51218-45-2

 $C_{15}H_{22}ClNO_2$ 

M = 283,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,76 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | I. Mostert   |
| <b>Zitat</b>                         | Metolachlor, Determination of parent compound and metabolites CGA 40172 and CGA 40919 by gas chromatography (GC), REM 135.06 (26. Juni 1996) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Ltd., Ciba Crop Protection, Residue Analysis, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metolachlor  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser (90:10 v/v), Rückfluß   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan/Aceton (85:15 v/v), SPE an Kieselgel, Elution mit Dichlormethan/Aceton (85:15 v/v)                            |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metolachlor  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Säule belegt mit 100% Dimethylsilicon  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% (v = 11%, n = 66) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Wirkstoff und zwei Metabolite können getrennt bestimmt werden  |



---

**Metosulam**

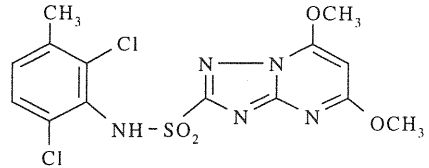
---

Methoden-Nr. 0877-B01

CAS-Nr. 139528-85-1

 $C_{14}H_{13}Cl_2N_5O_4S$ 

M = 418,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 100 mg/l (pH 5),  
200 mg/l (pH 7),  
5600 mg/l (pH 9)

---

|  |  |
|--|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                             | M. Hastings, R. Maycock  |
| <b>Zitat</b>                             | Determination of Metosulam Residues in Soil, ERC 93.8<br>(22. Oktober 1993)  |
| <b>Prüflabor</b>                         | DowElanco Europe, Letcombe Laboratory, Letcombe Regis,<br>Wantage, Oxon, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Metosulam  |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden (toniger Lehm, sandiger Lehm, Schluff)   |
| <b>Extraktion</b>                        | Schütteln (2 h) mit Acetonitril/0,2 M HCl (94:6 v/v)   |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Extraktion mit MTBE, SPE auf Aminopropyl-Bond-Elut unter<br>Verwendung von Ameisensäure/Dichlormethan (5:95 v/v) als<br>Eluent, weitere Reinigung mittels SPE unter Verwendung einer<br>Silica-Bond-Elut und Methanol/Dichlormethan (2,5:97,5 v/v),<br>extraktive Methylierung mit Tetrabutylammoniumhydroxid und<br>Methyljodid, SPE auf Silica-Bond-Elut unter Verwendung von<br>Aceton/Toluol (10:90 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Metosulam-Methylderivat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | HPLC-UVD (240 nm), stationäre Phase: Kromasil KR100-5C8,<br>mobile Phase: Acetonitril/Wasser, Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,2 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 97% (v = 10%, n = 10) bei Zusätzen von 0,2 – 1,0 µg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                        | ≤ 0,0075 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                       | Validierung der Methode für Zusätze von 0,001 – 0,1 mg/kg in<br>„Determination of XDE-511 Residues in Soil“, ERC 91.2<br>(15. April 1992), Wiederfindungsrate 94% (v = 11%, n = 15)  |

---

**Metribuzin**Methoden-Nr. 0337-B01

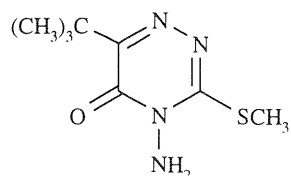
---

CAS-Nr. 21087-64-9

 $C_8H_{14}N_4OS$ 

M = 214,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | H. J. Jarczyk   |
| <b>Zitat</b>                         | Metribuzin, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 337, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 8. Lieferung 1985, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim          |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Monheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metribuzin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Wasser/Methanol (4:1 v/v), anschließend mit Acetonitril, dann mit Dichlormethan unter Schütteln  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte mit Wasser versetzen, nach Phasentrennung untere Phase zur Trockne eindampfen, Aufnahme des Rückstandes mit Ethanol/Dichlormethan (2:8 v/v) und säulenchromatographische Reinigung an Kieselgel |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metribuzin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 6% Apiezon L + 3% OV-17 auf Chromosorb W-AW-DMCS  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 81% (v = 3%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Es wird eine Variante zur Probenaufbereitung beschrieben, bei der die vereinigten Extrakte bis zum wäßrigen Rest eingedampft und nach Zugabe von Wasser mit Dichlormethan extrahiert werden.                        |

**Metribuzin**

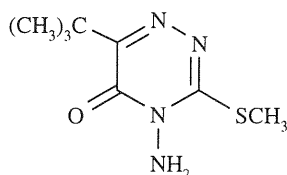
Methoden-Nr. 0337-B02

CAS-Nr. 21087-64-9

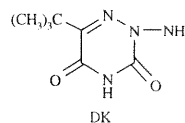
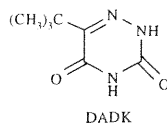
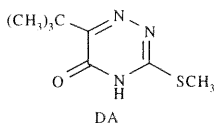
C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>N<sub>4</sub>OS

M = 214,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 g/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur hochdruckflüssigkeitschromatographischen Bestimmung des Herbizids Metribuzin und seiner Metaboliten DADK, DA und DK in Boden, RA-486/89 (25. Juli 1989)                     |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutzforschung, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Monheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metribuzin, Metabolite Desamino-Metribuzin (DA), Desamino-Diketo-Metribuzin (DADK), Diketo-Metribuzin (DK)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (lehmgiger Sand, sandiger Ton, Sand)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Einengen wäßrige Probe über Extube-Säulen (Chem Elut Ce 2050) reinigen unter Verwendung von Dichlormethan und Ethylacetat, weitere säulenchromatographische Reinigung an Kieselgel |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metribuzin, DA, DADK, DK  |



|                            |  |
|----------------------------|--|
| <b>Bestimmungsprinzip</b>  | HPLC-UVD (260 und 293 nm), stationäre Phase: LiChrospher 60 RP – select, mobile Phase: Phosphatpuffer/Wasser, Gradientenelution                              |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>   | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b> | Metribuzin: 88% (v = 17%, n = 11)<br>DA: 84% (v = 11%, n = 11)<br>DADK: 110% (v = 9%, n = 11)<br>DK: 82% (v = 33%, n = 11) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>          | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Metribuzin**Methoden-Nr. 0337-B03

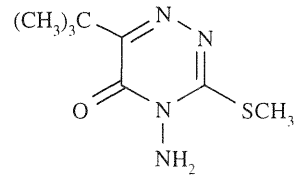
---

CAS-Nr. 21087-64-9

 $C_8H_{14}N_4OS$ 

M = 214,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | C. W. Stanley  |
| <b>Zitat</b>                         | A Gas Chromatographic Method for the Determination of BAY 94337 Residues in Soil and Water, Report No. 25,913 (22. Oktober 1969)                         |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Zentralbüro, Organ. Anal. Lab., Monheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metribuzin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Ton, toniger Lehm, Hoch-N-Lehm, Sand)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser (2:1 v/v), anschließend mit Chloroform  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte mit Chloroform versetzen und ausschütteln, Chloroformextrakt zur Trockene eindampfen, säulenchromatographische Reinigung an Florisil |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metribuzin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 3% OV-101 auf Gas Chrom Q  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% bei Zusätzen von 0,01 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |

## Metribuzin

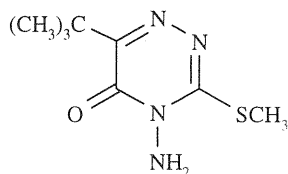
Methoden-Nr. 0337-B04

CAS-Nr. 21087-64-9

$C_8H_{14}N_4OS$

M = 214,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,05 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Feinchemie Schwebda  |
| <b>Autor</b>                         | E. Schneider   |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of an Analytical Method for the Determination of Metribuzin and its Main Metabolites in Soil with a Determination Limit of 50 µg/kg, Pr96/014 (3. Februar 1997)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metribuzin, Metabolite Desamino-Metribuzin (DA), Desamino-Diketo-Metribuzin (DADK), Diketo-Metribuzin (DK)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Acetonitril unter Anwendung von Ultraschall   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Einengen der vereinigten Extrakte Aufnahme des Rückstandes in der mobilen Phase A   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metribuzin, DA, DADK, DK   |
|                                      | <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: flex-end;"> <div style="text-align: center;"> <br/>DA         </div> <div style="text-align: center;"> <br/>DADK         </div> <div style="text-align: center;"> <br/>DK         </div> </div> |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC, Dioden-Array-Detektor (260 und 296 nm), stationäre Phase: LiChroCart 250-4, Superspher 100 RP18, mobile Phase A: Phosphatpuffer/Wasser, mobile Phase B: Acetonitril Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Metribuzin: 92% (v = 7%, n = 12)<br>DA: 88% (v = 10%, n = 12)<br>DADK: 89% (v = 3%, n = 12)<br>DK: 78% (v = 6%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,01 mg/kg   |

## Metsulfuron

Methoden-Nr. 0672-B01

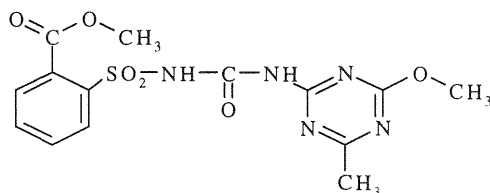
Metsulfuron-methyl

CAS-Nr. 74223-64-6

$C_{14}H_{15}N_5O_6S$

M = 381,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 9,5 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | J. S. Amoo   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Quantitation of DPX-T6376 in Soil by Liquid Chromatography, Report No. AMR 2885-93 (30. März 1994)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metsulfuron-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, schluffiger Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (10 Min.) mit Acetonitril/Dichlormethan (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Überführung in Phosphatpufferlösung, ansäuern mit konz. Phosphorsäure auf pH 2,5 – 3,5, zentrifugieren und filtrieren  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metsulfuron-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), Säulenschaltung, Säule 1: Zorbax Phenyl (zur Abtrennung störender Verbindungen), Säule 2: Zorbax R <sub>x</sub> -C8 unter Verwendung von Methanol/Wasser (20:80 v/v) als Eluent |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 93% (v = 10%, n = 24) bei Zusätzen von 0,1 – 0,5 µg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | 0,02 µg/kg   |

---

**Metsulfuron**Methoden-Nr. 0672-B02

---

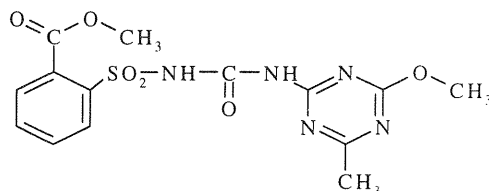
Metsulfuron-methyl

CAS-Nr. 74223-64-6

 $C_{14}H_{15}N_5O_6S$ 

M = 381,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 9,5 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | J. Cook  |
| <b>Zitat</b>                         | Metsulfuron Methyl: The Validation of a Method for the Determination of Residues in Soil, Report No. 269/52-1012 (4. Mai 1993)                 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hazleton UK, Harrogate, North Yorkshire, GB  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metsulfuron-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger toniger Lehm, Ton, Sand)   |
| <b>Extraktion</b>                    | 20 mM Ammoniumbicarbonatpuffer pH 8,0 unter Anwendung von Ultraschall (1 h)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der wäßrigen Phase bei pH 3,0 mit Dichlormethan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metsulfuron-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-MS, Thermospray, m/z 141, 184 und 233, stationäre Phase: Hichrom H5ODS, mobile Phase: Methanol in Ammoniumacetatpuffer, Gradientenelution |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 75% (v = 15%, n = 11) bei Zusätzen von 0,1 – 1,0 µg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Metsulfuron**Methoden-Nr. 0672-B03

---

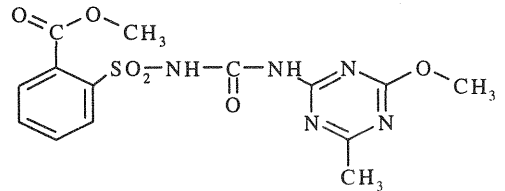
Metsulfuron-methyl

CAS-Nr. 74223-64-6

 $C_{14}H_{15}N_5O_6S$ 

M = 381,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 9,5 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley, P. A. deBernard, L. J. Mulcahey   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Thifensulfuron methyl, Metsulfuron methyl, Chlorsulfuron, Tribenuron methyl and DPX-KE459 in Soil, AMR 2480-92 (3. Oktober 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                             |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metsulfuron-methylester   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 100 mM Ammoniumcarbonat-Lösung  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an C-18- und Kieselgel-Kartusche, jeweils Elution mit Ethylacetat/0,1% Eisessig (v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Metsulfuron-methylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (245 nm), stationäre Phase: SB-Phenyl, Gradient: Acetonitril/Phosphatpuffer pH 2,7/pH 6,2   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 11%, n = 15) bei Zusätzen von 1 – 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Auch zur Bestimmung weiterer Sulfonylharnstoffe verwendbar  |



---

**Mineralöle**

---

Methoden-Nr. 0143-B01

CAS-Nr. nicht vergeben

Kohlenwasserstoffgemisch (Kp: ca. 340°C)

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)  |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Mineralölkohlenwasserstoffen (MKW) in Böden und Klärschlamm, bearbeitet von L. Anders, M. Wildner, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Ergänzungslieferung 1998   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Unpolare Kohlenwasserstoffe   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Trocknung mit Natriumsulfat, Schütteln mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan (R 113)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Aluminiumoxidsäule  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Unpolare Kohlenwasserstoffe   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | IR-Spektroskopie ( $2924\text{ cm}^{-1}$ ), externe Standardisierung mit dem zu bestimmenden Kohlenwasserstoffgemisch oder Squalan  |
| <b>Validierung</b>                   | Die Methode wurde in Ringversuchen mit drei belasteten Böden (mittlere Gehalte zwischen 0,4 und 22,3 g/kg überprüft)  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Der Einsatz des Extraktionsmittels Trichlortrifluorethan und anderer Freone ist in der Technik wegen der Umweltverträglichkeit verboten. Für den Einsatz von Freonen zu Analysezwecken besteht eine Ausnahmeregelung (FCKW-Halon-Verbots-Verordnung, 1991). Die Substitution von Trichlortrifluorethan durch andere Extraktionsmittel wird künftig zum Einsatz anderer, vorzugsweise gaschromatographischer Meßverfahren, führen. Dabei werden mit GC-MS die $C_{12} - C_{18}$ Kohlenwasserstoffe bestimmt. Unbelastete Böden weisen Kohlenwasserstoff-Gehalte von 2 – 5 mg/kg auf. |

---

**Myclobutanil**Methoden-Nr. 0776-B01

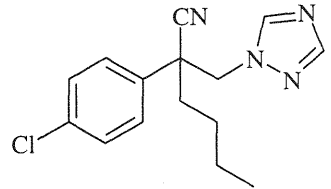
---

CAS-Nr. 88671-89-0

 $C_{15}H_{17}ClN_4$ 

M = 288,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 132 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenpropathrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Myclobutanil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Myclobutanil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 12%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

## 1-Naphthylessigsäure

---

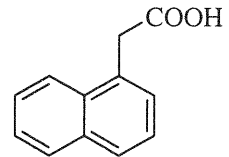
Methoden-Nr. 0434-B01

CAS-Nr. 86-87-3

$C_{12}H_{10}O_2$

M = 186,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 420 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Pharmatox   |
| <b>Autor</b>                         | Hessenauer, U. Dietz  |
| <b>Zitat</b>                         | Entwicklung einer Analysenmethode für 1-Naphthylessigsäure für Boden- und Wasserproben, UAZ 9671222/2 (30. Januar 1996)                             |
| <b>Prüflabor</b>                     | Landesgewerbeanstalt Bayern, Bereich Umweltschutz, Analytikzentrum, Nürnberg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | 1-Naphthylessigsäure  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Pufferlösung 0,7 M Kaliumhydroxid und 0,007 M Kaliumacetat  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 1-Naphthylessigsäure, Kaliumsalz  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 285 nm, Emission 365 nm), stationäre Phase: LiChrospher 100, mobile Phase: Dinatriumhydrogen-phosphat-Lösung/Methanol (55:45 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 2%, n = 19) bei Zusätzen von 0,043 – 0,43 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,010 mg/kg   |

---

**Napropamid**Methoden-Nr. 0367-B01

---

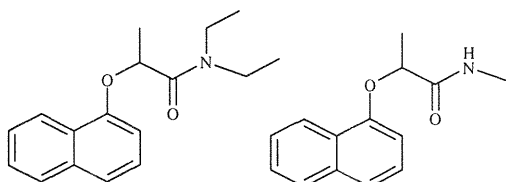
Napropamid (Desethylnapropamid)

CAS-Nr. 15299-99-7

 $C_{17}H_{21}NO_2$  ( $C_{15}H_{17}NO_2$ )

M = 271,4 (243,3) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 73 mg/l

Desethylnapropamid

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | K. K. Curry  |
| <b>Zitat</b>                         | Gas Chromatographic Determination of EPTC Sulfoxide, Butylate Sulfoxide, S-Methyl Molinate, Fonofos Oxon, Desethyl Napropamide, and Phosmet Oxon Residues in Soil, Report No. WRC 89-01 (15. Februar 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Americas Inc., Western Research Center, Richmond, CA, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Desethylnapropamid (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (2 h) mit Wasser/Toluol (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Desethylnapropamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillare DB-1 (0,53 mm)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 104% (v = 3,5%, n = 16) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nur geringes Signal   |

---

**Napropamid**Methoden-Nr. 0367-B02

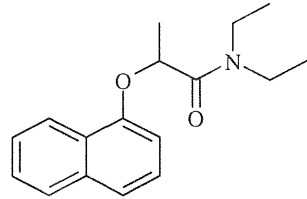
---

CAS-Nr. 15299-99-7

 $C_{17}H_{21}NO_2$ 

M = 271,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 73 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Napropamid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Napropamid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 8%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**Nicosulfuron**Methoden-Nr. 0934-B01

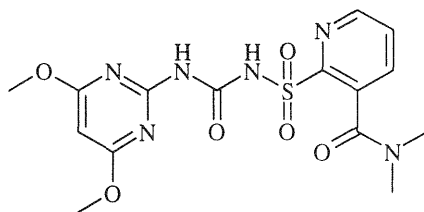
---

CAS-Nr. 111991-09-4

 $C_{15}H_{18}N_6O_6S$ 

M = 410,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,5 g/l



---

|                                       |  |
|---------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                   | ISK Bioscience Europe  |
| <b>Autor</b>                          | H. P. Huber  |
| <b>Zitat</b>                          | Compilation of analytical methods for SL-950 and its metabolites ADMP and ASDM in soil (various types) from existing validated residue analyses, RCC Project 6143040 (13. Juni 1996) |
| <b>Prüflabor</b>                      | RCC Umweltchemie AG, Itingen, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                   | Nicosulfuron   |
| <b>Probenmaterialien</b>              | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                     | Acetonitril/Wasser (4:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung:</b> | Versetzen mit Borat-Puffer, Waschen mit <i>n</i> -Hexan, Ausschütteln mit Dichlormethan, GPC, Elution mit Phosphat-Puffer, Ausschütteln mit Dichlormethan                            |
| <b>Endbestimmung als</b>              | Nicosulfuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>             | HPLC-UVD (252 nm), stationäre Phase: Nucleosil C-18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (1% Eisessig) (1:1 v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>              | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>            | 83% (v = 11%, n = 12) bei Zusätzen von 0,005 - 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                     | Keine Angaben  |

---

**Nuarimol**Methoden-Nr. 0440-B01

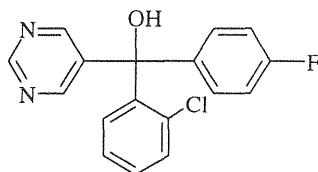
---

CAS-Nr. 63284-71-9

 $C_{17}H_{12}ClFN_2O$ 

M = 314,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 26 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | R. D. Griggs, O. D. Decker  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of nuarimol in agricultural crops and soil; AM-AA-CA-RO34-AA-755 (1. Oktober 1980)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Agricultural Analytical Chemistry, Lilly Research Laboratories, Greenfield, Indiana   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Nuarimol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen mit Methanol/Wasser (3:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Dichlormethan, Aluminiumoxidsäule, Elution mit 1-Chlorbutan/Methanol (99:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Nuarimol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 2% OV-17 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg (Angabe der Autoren)   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 113%   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Weitere Phasen, die für die gaschromatographische Trennung verwendet werden können: 5% XE-60 oder 5% Dexsil 300 auf Chromosorb W-HP. |

---

**Nuarimol**

---

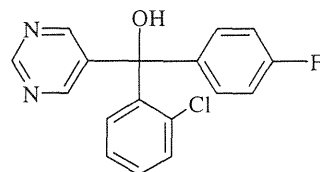
Methoden-Nr. 0440-B02

CAS-Nr. 63284-71-9

 $C_{17}H_{12}ClFN_2O$ 

M = 314,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 26 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Nuarimol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Nuarimol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 7%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |



---

**Omethoat**Methoden-Nr. 0236-B01

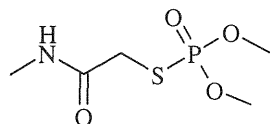
---

CAS-Nr. 1113-02-6

 $C_5H_{12}NO_4PS$ 

M = 213,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): unbegrenzt mischbar



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | K. Wagner, H. Frehse   |
| <b>Zitat</b>                         | Omethoat, Dimethoat, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 236-(42), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 5. Lieferung 1979, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Omethoat   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Wasser und Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat mit Dichlormethan extrahieren und Extrakt zur Trockne eindampfen, Rückstand in Aceton aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Omethoat   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäulen wahlweise mit QF-1, DC-200 + QF-1, DC-200 + Reoplex oder OV-17 als Trennflüssigkeit   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% bei Zusätzen von 5,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,01 mg/kg angegeben.<br>Methode auch geeignet zur parallelen Bestimmung von Dimethoat (s. Methode Nr. 0042-B01)   |



---

**Paraquat**Methoden-Nr. 0134-B01

---

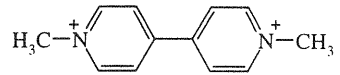
Paraquat-dichlorid

CAS-Nr. 1910-42-5

 $C_{12}H_{14}Cl_2N_2$ 

M = 257,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 620 g/l

2 Cl<sup>-</sup>

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | L. Anderson, A. D. Boseley  |
| <b>Zitat</b>                         | Paraquat and Diquat: Validation of an HPLC Analytical Method for the Determination of the Residues in Crops and Soil, RJ 2013B (10. November 1995)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Paraquat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | verdünnte Schwefelsäure, Rückfluß   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Kationen-Austauscher-Säule, Elution mit gesättigter Ammoniumchlorid-Lösung, Filtration über C18-Kartusche   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Paraquat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (258 nm), stationäre Phase: Hichrom Spherisorb S5P (phenyl), mobile Phase: Wasser/Methanol (90:10 v/v) + 0,1% (w/v) Natrium-1-octansulfonat + 1,0% (v/v) Diethylamin + 1,0% (v/v) Phosphorsäure |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80% (v = 11%, n = 13) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Parathion**Methoden-Nr. 0087-B01

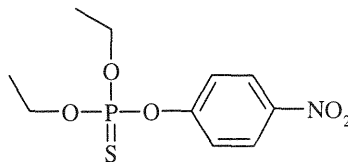
---

CAS-Nr. 56-38-2

 $C_{10}H_{14}NO_5PS$ 

M = 291,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 12,4 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff   |
| <b>Zitat</b>                         | Parathion, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 87-B, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 2. Lieferung 1972, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Biologisches Institut, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Parathion   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat des Mazerats mit Chloroform extrahieren, Reinigung über Florisilsäule unter Verwendung von Benzol als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Parathion   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, SE-30, QF-1, DC 11 oder E-301 auf Chromsorb W HMDS  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 90% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Nachweisgrenze wird mit 0,01 mg/kg angegeben. Nach Angaben von Bayer AG (RA-740, 11. September 1981) wird bei der Extraktion Chloroform durch Dichlormethan und bei der Säulenchromatographie Benzol durch Toluol ersetzt. Bei dieser modifizierten Methode wurden im Boden Wiederfindungsraten von 97% ( $v = 8\%$ , $n = 8$ ) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg ermittelt. |

---

**Parathion**Methoden-Nr. 0087-B02

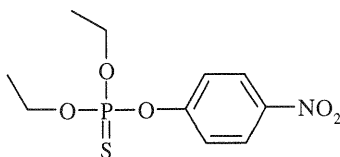
---

CAS-Nr. 56-38-2

 $C_{10}H_{14}NO_5PS$ 

M = 291,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 12,4 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclamid, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)     |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Parathion   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Parathion   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% (v = 5%, n = 10) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

**Parathion-methyl**

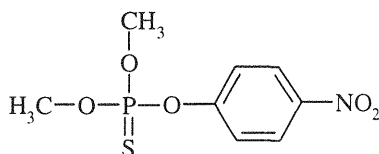
Methoden-Nr. 0088-B01

CAS-Nr. 298-00-0

$C_8H_{10}NO_3PS$

M = 263,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 55 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff   |
| <b>Zitat</b>                         | Parathion-methyl, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 88-B, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 2. Lieferung 1972, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Biologisches Institut, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Parathion-methyl  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat des Mazerats mit Chloroform extrahieren, Reinigung über Florisilsäule unter Verwendung von Benzol als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Parathion-methyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, SE-30, QF-1, DC 11 oder E-301 auf Chromsorb W HMDS  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 90% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Nachweisgrenze wird mit 0,01 mg/kg angegeben. Nach Angaben von Bayer AG (RA-741, 15. September 1981) wird bei der Extraktion Chloroform durch Dichlormethan und bei der Säulenchromatographie Benzol durch Toluol ersetzt. Bei dieser modifizierten Methode wurden im Boden Wiederfindungsraten von 95% ( $v = 15\%$ , $n = 14$ ) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg ermittelt. |

---

**Penconazol**Methoden-Nr. 0655-B01

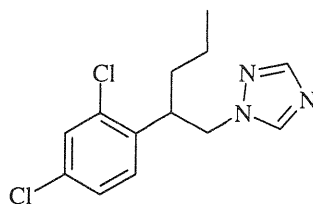
---

CAS-Nr. 66246-88-6

 $C_{13}H_{15}Cl_2N_3$ 

M = 284,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 70 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pyrifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Penconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Penconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 101% (v = 7%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

**Pencycuron**Methoden-Nr. 0649-B01

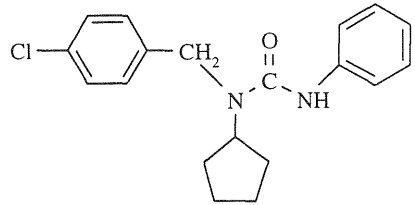
---

CAS-Nr. 66063-05-6

 $C_{19}H_{21}ClN_2O$ 

M = 328,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,3 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | K. Vogeler  |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung von Pencycuron-Rückständen in Pflanzenmaterial, Boden und Wasser, RA-343 (25. März 1982)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Sparte Pflanzenschutz, Anwendungstechnik CE, Institut für Metabolismusforschung und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pencycuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.3, Versuchsgut Höfchen)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (80:20 v/v) im Mixer  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Natriumchloridlösung/Dichlormethan, Überführung in <i>n</i> -Hexan, Methylierung mit Natriumhydrid und Methyljodid in Dimethylsulfoxid, Gelchromatographie an Polystyrolgel Bio Beads S-X3 |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-methyliertes Pencycuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 5% OV 101 auf Chromosorb G-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 4%, n = 6) bei Zusätzen von 0,02 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



---

**Pendimethalin**Methoden-Nr. 0404-B01

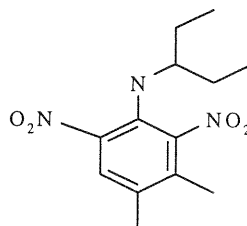
---

CAS-Nr. 40487-42-1

 $C_{13}H_{19}N_3O_4$ 

M = 281,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,33 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid  |
| <b>Autor</b>                         | H. Memmesheimer   |
| <b>Zitat</b>                         | Pendimethalin (CL92553) Validation of Method FAMS 047-01 for the Determination of Residues in Soil, CFS 1995-034 (13. Oktober 1995)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Cyanamid Forschung GmbH, Schwabenheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pendimethalin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol/Salzsäure (1000:20 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugat nach Zusatz verdünnter Salzsäure wiederholt mit Hexan extrahieren, vereinigte Hexanphasen fast bis zur Trockne einengen und mit Methanol aufnehmen, Reinigung durch GPC |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pendimethalin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare (0,52 µm) Methylsilicon, Kaltaufgabesystem   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 5%, n = 7) bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Pendimethalin**Methoden-Nr. 0404-B02

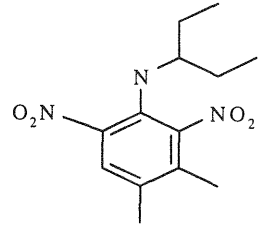
---

CAS-Nr. 40487-42-1

 $C_{13}H_{19}N_3O_4$ 

M = 281,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,33 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | Antic  |
| <b>Zitat</b>                         | Pendimethalin, Erde, gaschromatographische Bestimmung, AC/EK/Pfn/7406a (7. März 1988)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Pflanzenschutz Urania GmbH, Analytisches Labor, Hamburg  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pendimethalin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton unter Verwendung von Ultraschall  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt einengen, Zusatz von Natriumchloridlösung und nachfolgend Extraktion mit Dichlormethan, Entfernung des Dichlormethans und Aufnahme in Aceton |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pendimethalin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, 3% Silar 9C auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 5 µg/kg  |

---

**Pendimethalin**Methoden-Nr. 0404-B03

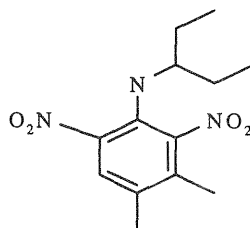
---

CAS-Nr. 40487-42-1

 $C_{13}H_{19}N_3O_4$ 

M = 281,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,33 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pendimethalin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton, Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pendimethalin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 173% ( $S_R = 56\%$ ) bei Zusatz von 0,04 mg/kg, 106% ( $S_R = 17\%$ ) bei Zusatz von 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angabe   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden.  |

---

**Permethrin**Methoden-Nr. 0494-B01

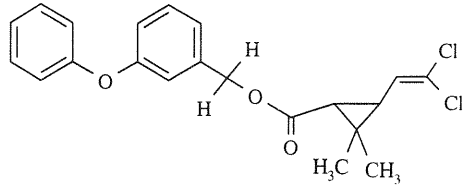
---

CAS-Nr. 52645-53-1

 $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ 

M = 391,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 6 µg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | A. Sapiets   |
| <b>Zitat</b>                         | Residue Analytical Method No. 36, the Determination of Residues of Permethrin in Soils – a gas-liquid chromatographic method, PPRAM 36 (Juli 1979) |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Chemical Industries Ltd., Plant Protection Division, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK                                 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Permethrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Hexan/Acteon (80:20 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt mit Wasser waschen, Hexanextrakt reinigen über Florisilsäule und ggf. zusätzlich über Fractosilsäule                                       |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Permethrin (Isomerenmischung oder Einzelisomere)   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 5% OV 101 auf Gas Chrom Q (ohne Isomerentrennung) bzw. 5% OV 210 oder SP2330 auf Gas Chrom Q oder Chromosorb W-HP (mit Isomerentrennung)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | cis-Isomeres: 87% (v = 15%, n = 43),<br>trans-Isomeres: 82% (v = 12%, n = 43) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg                                    |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Permethrin**Methoden-Nr. 0494-B02

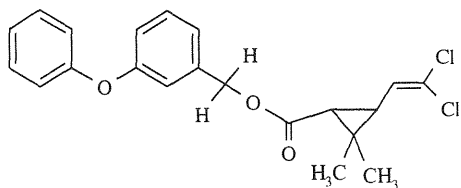
---

CAS-Nr. 52645-53-1

 $C_{21}H_{20}Cl_2O_3$ 

M = 391,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 6 µg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | G. H. Fujie, O. H. Fullmer   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of FMC 33297 Residues in Plant, Animal, and Soil Matrices by Gas Chromatography, J. Agric. Food Chem. <b>26</b> (2), 395-398, 1978                                 |
| <b>Prüflabor</b>                     | FMC Corporation, Agricultural Chemical Group, Richmond, CA, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Permethrin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanol/Wasser (9:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zusatz von Wasser und NaCl Verteilung in Dichlormethan, Überführung in Toluol und Reinigung über Florisilsäule unter Verwendung von Hexan/Diethylether (9:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Permethrin (Einzelisomere)   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, alternativ Elektrolytleitfähigkeitsdetektor, 1% SP-2330 auf Supelcoport  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | cis-Isomeres: 92% (82 – 100%, n = 12),<br>trans-Isomeres: 91% (80 – 97%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |

---

**Phenmedipham**Methoden-Nr. 0233-B01

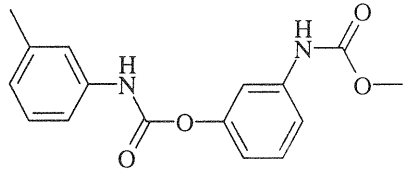
---

CAS-Nr. 13684-63-4

 $C_{16}H_{16}N_2O_4$ 

M = 300,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 3 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquellen</b>                 | Stefes und Feinchemie Schwebda  |
| <b>Autor</b>                         | E. Schneider  |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Phenmedipham und Metaboliten in Boden, Hochdruckflüssigchromatographische Methode, PR92/004 (21. Februar 1992)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Gerhard Krebs Analytik, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Phenmedipham und Metabolit 3-Methoxycarbonyl-aminophenol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Methanol unter Anwendung von Ultraschall   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Methanolextrakte bis zum wässrigen Rest einengen, Verteilung Wasser – Dichlormethan, vereinigte Dichlormethan-extrakte zur Trockne einengen, in Acetonitril aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Phenmedipham, 3-Methoxycarbonyl-aminophenol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (240 nm), stationäre Phase: LiChrospher RP18 mit Vorsäule LiChrospher 60 RP-select B, mobile Phase A: Acetonitril, mobile Phase B: 0,01 M $KH_2PO_4$ , Gradientenelution   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Phenmedipham: 74% ( $v = 14\%$ , $n = 12$ )<br>3-Methoxycarbonyl-aminophenol: 71% ( $v = 14\%$ , $n = 12$ ) bei Zusätzen von 0,05 – 5,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Metabolite 3-Aminophenol und m-Toluidin werden nur in geringen Raten wiedergefunden<br>Diese Methode wurde vom selben Prüflabor für den Auftraggeber: Feinchemie Schwebda unter PR92/003 (21. Februar 1992) mit nahezu identischen Ergebnissen beschrieben. |

---

**Phenmedipham**Methoden-Nr. 0233-B02

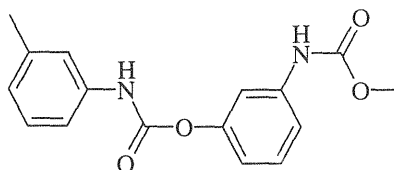
---

CAS-Nr. 13684-63-4

 $C_{16}H_{16}N_2O_4$ 

M = 300.3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 3 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Kemisk Vaerk Koge  |
| <b>Autor</b>                         | R. J. Sørensen   |
| <b>Zitat</b>                         | Method Validation, TOP 2 Pure Phenmedipham and Metabolite Methylhydroxyphenylcarbamate (MHPC) in/on Soil, RCC Project 277918 (12. März 1992) and 1 <sup>st</sup> Amendment (20. März 1992)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | RCC Umweltchemie GmbH & Co. KG, Roßdorf  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Phenmedipham, Metabolit Methylhydroxyphenylcarbamate (MHPC, identisch mit 3-Methoxycarbonyl-aminophenol)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Phenmedipham: Aceton/Wasser (6:4 v/v) unter Schütteln (0,5 h),<br>MHPC: Aceton/Methanol (1:1 v/v) im Soxhlet (1 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Phenmedipham: Zugabe von NaCl-Lösung zum Filtrat und wiederholt mit <i>n</i> -Hexan ausschütteln, zur Trockne einengen,<br>MHPC: Organische Phase zur Trockne einengen,<br>Phenmedipham und MHPC: Rückstand in Dichlormethan lösen, Reinigung über ALOX-Säule unter Verwendung von Dichlormethan/Methanol (9:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Phenmedipham, MHPC   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV-D (236 nm), stationäre Phase: LiChrospher RP18, mobile Phase A: 0,1 M Essigsäure/Acetonitril/Methanol (90:5:5 v/v/v), mobile Phase B: Acetonitril/Methanol (1:1 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Phenmedipham: 94% (v = 16%, n = 30)<br>MHPC: 82% (v = 21%, n = 29) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | 0,02 mg/kg   |

---

**Phenmedipham**

---

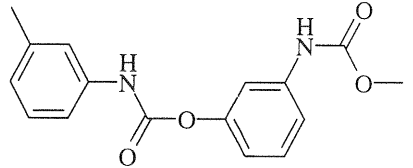
Methoden-Nr. 0233-B03

CAS-Nr. 13684-63-4

 $C_{16}H_{16}N_2O_4$ 

M = 300.3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 3 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo  |
| <b>Autor</b>                         | J. Moede  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Phenmedipham and a Major Metabolite in Soil by HPLC (15320/1), Report No. UPSR 43/89-PA15320.5/14 (4. August 1989) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Pflanzenschutz, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Phenmedipham, Metabolit Methyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate (SN 38210)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Ethylacetat im Soxhlet (1 h)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Säulenchromatographische Reinigung über Florisil unter Verwendung von Chloroform/Methanol (9:1 v/v) als Eluent, Filtration durch Mikrofilter                              |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Phenmedipham, Methyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (229 nm), stationäre Phase: Nucleosil C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Phenmedipham: 98% (v = 7%, n = 14)<br>Methyl-N-(3-hydroxyphenyl)-carbamate : 94% (v = 7%, n = 15) bei Zusätzen von 0,05 – 5,0 mg/kg                                       |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |



---

**Phosphamidon**Methoden-Nr. 0094-B01

---

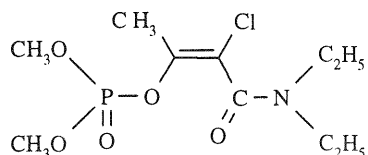
Gemisch E- und Z-Isomere

CAS-Nr. 13171-21-6

 $C_{10}H_{19}ClNO_5P$ 

M = 299,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): leicht löslich



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | R. Tribolet  |
| <b>Zitat</b>                         | Phosphamidon (C 570), Determination of Residues of Parent Compound by Gas Liquid Chromatography (GLC), REM 102.05 (3. April 1992)                            |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Plant Protection Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Phosphamidon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Kanada, Schweiz)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Nach Zugabe von Wasser wiederholtes Schütteln mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methanol unter reduziertem Druck entfernen, Zugabe von NaCl, Reinigung über ChemElut-Säule unter Verwendung von MTBE, weitere Reinigung über Silikagel-Säule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Phosphamidon   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzsäule (0,53 mm) 50% Phenyl- + 50% Methylsilikon   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 8%, n = 16) bei Zusätzen von 0,02 und 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Phoxim**

---

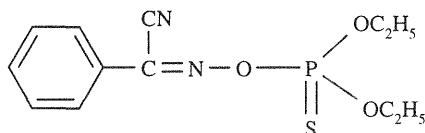
Methoden-Nr. 0307-B01

CAS-Nr. 14816-18-3

 $C_{12}H_{15}N_2O_3PS$ 

M = 298,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | G. Dräger  |
| <b>Zitat</b>                         | Phoxim, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 307, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 3. Lieferung 1974, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Phoxim   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholte Extraktion mit Fällungslösung (Ammoniumchlorid, Phosphorsäure, Wasser) und Methanol unter Schütteln  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Eingeengte Filtrate nach Zusatz von Fällungslösung mit <i>n</i> -Hexan ausschütteln, Hexanphase zur Trockne eindampfen, Rückstand in Aceton aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Phoxim   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule, Säulenfüllung DC-200 und QF-1 auf Gaschrom Q  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | > 70% bei Zusätzen von 0,1 – 1,0 mg/kg zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,05 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Nachweisgrenze wird mit 0,05 mg/kg angegeben.   |

---

**Pirimicarb**Methoden-Nr. 0309-B01

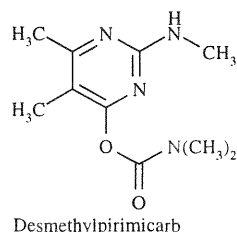
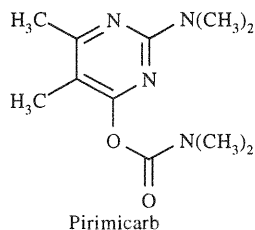
---

CAS-Nr. 23103-98-2

 $C_{11}H_{18}N_4O_2$ 

M = 238,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 3,0 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | D. J. W. Bullock, J. P. Dick, S. H. Kennedy, W. D. Weinmann, H.-G. Nolting, M. Blacha-Puller, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Pirimicarb, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 309, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 7. Lieferung 1984, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim    |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Plant Protection Ltd., Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK und Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig            |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pirimicarb, Desmethylpirimicarb (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Aceton/wäßrige Ammoniumchloridlösung 53,5 g/l (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrate einengen, Rückstand in Salzsäure aufnehmen, Extraktion mit Diethylether, wäßrige Phase auf pH 7 – 8 bringen und mit Diethylether ausschütteln, organische Phase im Rotationsverdampfer konzentrieren |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pirimicarb, Desmethylpirimicarb   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Glassäule, 3% OV-17 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 90%  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird für pflanzliches Material und Erde mit 0,05 mg/kg angegeben.  |

---

**Pirimicarb**Methoden-Nr. 0309-B02

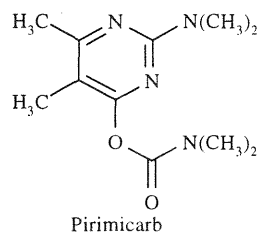
---

CAS-Nr. 23103-98-2

 $C_{11}H_{18}N_4O_2$ 

M = 238,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 3,0 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenpropathrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pirimicarb   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pirimicarb   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 27%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

**Pirimiphos-methyl**Methoden-Nr. 0476-B01

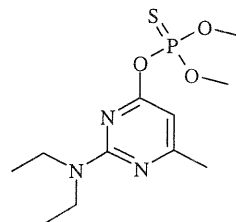
---

CAS-Nr. 29232-93-7

 $C_{11}H_{20}N_3O_3PS$ 

M = 305,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 8,6 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | D. J. W. Bullock, W. D. Weinmann, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Pirimiphos-methyl, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 476, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 6. Lieferung 1982, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Plant Protection Ltd., Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK und Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig                |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pirimiphos-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Aceton/Ammoniumchloridlösung (54 g/l) (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat des Extraktes mit Phosphatpuffer versetzen und mit <i>n</i> -Hexan schütteln, Hexanphase zur Trockne einengen, Reinigung über Florisilsäule möglich   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pirimiphos-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, alternativ FPD, Glassäule 2% OV-101 auf Gas-Chrom Q oder 3% Phenyl-diethanolaminsuccinat auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% (v = 10%) bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser.  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Nachweisgrenze wird mit 0,005 mg/kg, die Bestimmungsgrenze mit 0,01 mg/kg angegeben.<br>Analysen- und Standardlösungen sollten luftdicht und gekühlt im Dunkeln aufbewahrt werden.                            |

**Primisulfuron**

Methoden-Nr. 0848-B01

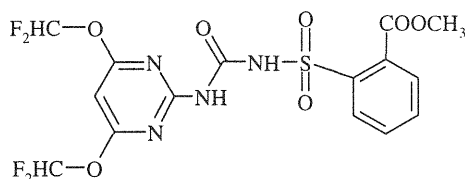
Primisulfuron-methyl

CAS-Nr. 86209-51-0

C<sub>15</sub>H<sub>12</sub>F<sub>4</sub>N<sub>4</sub>O<sub>7</sub>S

M = 468,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,243 g/l (pH 7)



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | W. T. Beidler, K. P. Shoffner   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of CGA-136872 in Soil by High Performance Liquid Chromatography, Method No. AG-498 (26. Februar 1986)                           |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biochemistry Departement, Agricultural Division, Ciba-Geigy Corporation, Greensboro, NC, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Primisulfuron-methyl  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser/Ammoniumhydroxid-Lösung (90:8:2 v/v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Waschen mit Toluol, Ansäuern, Ausschütteln mit Dichlormethan, SPE an Aluminiumoxid Säule, Elution mit Methanol/Acetonitril (15:85 v/v)        |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Primisulfuron-methyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV-D (234 nm), stationäre Phase: Zorbax-ODS, mobile Phase: Acetonitril/0,02 M Kaliumphosphat-Lösung/0,02 M Phosphorsäure (65:28:7 v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 9%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Prochloraz**Methoden-Nr. 0631-B01

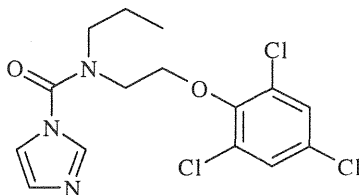
---

CAS-Nr. 67747-09-5

 $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$ 

M = 376.5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 36 mg/l

**Bezugsquelle**

AgrEvo

**Autor**

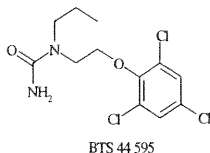
A. K. Girdler, P. J. Snowdon

**Zitat**Analytical Method for the Determination of Residues of Prochloraz and its Metabolites in Soil by High Performance Liquid Chromatography (2<sup>nd</sup> Edition), RESID/90/19 (6. März 1990)**Prüflabor**

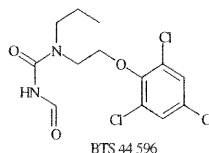
Schering Agrochemicals Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden, Essex, UK

**Prüfsubstanz**

Prochloraz, Metabolit BTS 44 595, Metabolit BTS 44 596



BTS 44 595



BTS 44 596

**Probenmaterialien**

Boden (sandiger Lehm, organischer Sand)

**Extraktion**

Aceton unter Anwendung von Ultraschall (1 h)

**Reinigung und  
Derivatisierung**

Filtrat einengen, nach Zugabe von Wasser Extraktion mit Petrol-ether und nachfolgend mit Ethylacetat/Hexan (1:3 v/v), SPE unter Verwendung von C2 Bond Elut LRC und anschließend Sep-pak Kieselsäure

**Endbestimmung als**

Prochloraz, BTS 44 595, BTS 44 596

**Bestimmungsprinzip**

HPLC-UVD (230 nm), stationäre Phase: Lichrosorb Diol (Chrom-pack) mit Vorsäule HC Pellosil, mobile Phase: Hexan mit Zusatz von 40 ml Isopropanol in 1 Liter

**Bestimmungsgrenze**

0,04 mg/kg

**Wiederfindungsraten**Prochloraz: 79% (v = 15%, n = 25)  
BTS 44 595: 83% (v = 15%, n = 26)  
BTS 44 596: 83% (v = 17%, n = 26) bei Zusätzen von 0,04 – 0,4 mg/kg**Blindwerte**

≤ 0,04 mg/kg

---

**Prochloraz**Methoden-Nr. 0631-B02

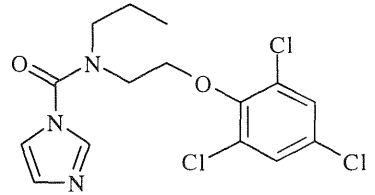
---

CAS-Nr. 67747-09-5

 $C_{15}H_{16}Cl_3N_3O_2$ 

M = 376.5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 36 mg/l



---

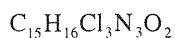
|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | A. K. Girdler, P. J. Snowdon   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Prochloraz in Soil by Gas Chromatography with Mass Selective Detection, RESID/90/7 (7. Februar 1990)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering Agrochemicals Ltd., Chesterford Park Research Station, Saffron Walden, Essex, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Prochloraz   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Sand, Lehm, organischer Sand)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion im Soxhlet (2 h) mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Salzsäure einengen im Rotationsverdampfer, Reinigung durch Extraktion mit Petrolether, neutralisierten Rückstand mit Ethylacetat extrahieren, Überführung in Methanol, Umsetzung mit Natriummethoxid durch Kochen unter Rückfluß (0,5 h) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methyl-N-propyl-N-2-(2,4,6-trichlorphenoxy)ethylcarbammat<br><br><chem>CCN(C)C(=O)N(CC)CCOC2=CC(=CC=C2Cl)Cl</chem>   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SIM-Modus (m/z 144 und 365), Quarzkapillare SPB-20, interner Standard 2,4,6-Tribrom-3-chloranilin, Split-Injektion (46:1)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Prochloraz: 78% (v = 7%, n = 32) bei Zusätzen von 0,02 – 0,28 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 2 µg/kg  |



**Prochloraz**

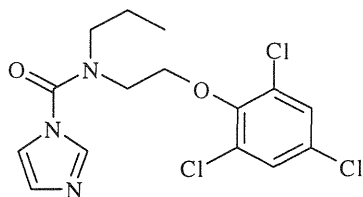
Methoden-Nr. 0631-B03

CAS-Nr. 67747-09-5



M = 376.5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 36 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Makhteshim  |
| <b>Autor</b>                         | G. Fuchsbichler   |
| <b>Zitat</b>                         | Prochloraz: Validation Analytical Method HVA SOP 10033, Determination of Prochloraz as Prochloraz and as 2,4,6-Trichlorophenol in Soil, Report No. 1 (4): HVA 19/94 (8. Juni 1995)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayerische Hauptversuchsanstalt für Landwirtschaft, Abteilung Rückstandsanalytik, Freising  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Prochloraz  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Methode 1: Schütteln (16 h) mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)<br>Methode 2: Heißextraktion im Soxhlet (4 h) mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Methode 1: Filtrat mit NaCl-Lösung versetzen, Flüssig-flüssig-Extraktion mit Dichlormethan, GPC auf Bio Beads SX3,<br>Methode 2: Hydrolyse durch Erhitzen (1 h) bei 210 – 240 °C mit Pyridiniumhydrochlorid, Flüssig-flüssig-Extraktion (4 h) mit Petrolether bei 60 – 80 °C, Reinigung über Verteilung |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Methode 1: Prochloraz<br>Methode 2: 2,4,6-Trichlorphenol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Methode 1: Quarzkapillare DB-1,<br>Methode 2: Quarzkapillare CW-20M   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Methode 1: 88% (v = 10%, n = 16)<br>Methode 2: 89% (v = 14%, n = 16)<br>bei Zusätzen von 0,02 – 5,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg  |

---

**Propamocarb**

---

Methoden-Nr. 0516-B01

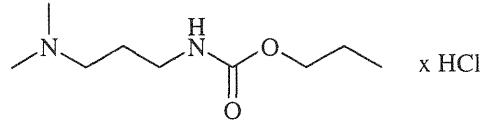
Propamocarb-Hydrochlorid

CAS-Nr. 25606-41-1

 $C_9H_{21}ClN_2O_2$ 

M = 224,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1005 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | J. Moede   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Propamocarb-HCl in Soil, Schering Report UPSR 54/91-PA 66 752.5/14 (1. August 1991)           |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Pflanzenschutz, Berlin  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propamocarb-Hydrochlorid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol/Salzsäure   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der alkalisierten wäßrigen Phase mit Chloroform, Extraktion mit 1 M HCl, Extraktion der alkalisierten wäßrigen Phase mit Diisopropylether |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Propamocarb  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, Kapillare (0,53 mm) HP 5  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,03 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 8%, n = 12) bei Zusätzen von 0,026 - 1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,03 mg/kg   |

## Propaquizafop

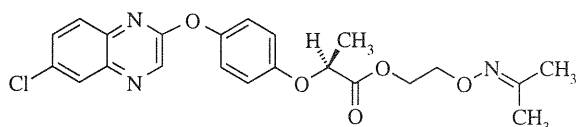
Methoden-Nr. 0869-B01

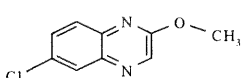
CAS-Nr. 111479-05-1

$C_{22}H_{22}ClN_3O_5$

M = 443,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,6 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | R. Tribolet  |
| <b>Zitat</b>                         | Propaquizafop (CGA 233380), Determination of Total Residues of Parent Compound and Metabolites CGA 287422 and CGA 129674 as CGA 289746 by Gas Chromatography (GC), REM 163.04 (12. Mai 1993)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy, Plant Protection Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propaquizafop  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (15 h) mit Acetonitril/Wasser (3:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion mit Dichlormethan, Solvolyse durch Behandlung mit Natronlauge/Methanol 15 h bei Raumtemperatur zu CGA 289746, Extraktion mit <i>n</i> -Hexan, SPE unter Verwendung von Florisil und <i>n</i> -Hexan/Dichlormethan (2:8 v/v), Überführung in <i>n</i> -Hexan |
| <b>Endbestimmung als</b>             |  CGA 289746   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare (0,53 mm) 5% Phenyl- 95% Methylsilikon  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 89% (v = 13%, n = 12) bei Zusätzen von 0,04 bzw. 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Propiconazol**

---

Methoden-Nr. 0624-B01

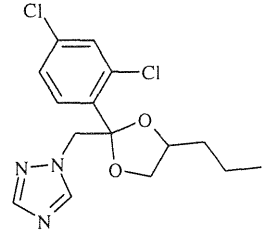
---

CAS-Nr. 60207-90-1

 $C_{15}H_{17}Cl_2N_3O_2$ 

M = 342,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 110 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | B. Büttler, W. D. Hörmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Propiconazol, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 624, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 8. Lieferung 1985, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy AG, Division Agro, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propiconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Methanol/Wasser (8:2 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zufügen von Natriumchloridlösung wiederholte Extraktion mit Dichlormethan, vereinigte Extrakte zur Trockne eindampfen, säulenchromatographische Reinigung an Aluminiumoxid unter Verwendung von Dichlormethan/ <i>n</i> -Hexan (6:4 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Propiconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 3% CP-Wax 40 M auf Gas-Chrom Q   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% (v = 7%, n = 4) bei Zusätzen von 0,04 – 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Siehe auch B. Büttler: Gas Chromatographic Determination of Propiconazole and Etaconazole in Plant Material, Soil, and Water, J. Agric. Food Chem. <b>31</b> (4), 762-765, 1983  |

---

**Propoxur**Methoden-Nr. 0216-B01

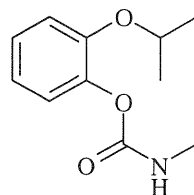
---

CAS-Nr. 114-26-1

 $C_{11}H_{15}NO_3$ 

M = 209,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,9 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | E. Möllhoff   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung der Rückstände von Unden in Wasser-, Boden- und Kleintierfutterproben, RA-713 (2. September 1976) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propoxur  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol/Wasser (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Chloroform, Umesterung mit Methanol und methanolischer Natronlauge im Einspritzblock des Gaschromatographen                       |
| <b>Endbestimmung als</b>             | O-Methyl-N-methylcarbamate  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, 10% Ucon LB-550X + 0,5% KOM auf Chromosorb G  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 3 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 100% (v = 8%, n = 4) bei Zusätzen von 3 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Nachweisgrenze wird mit 0,1 mg/kg angegeben.  |

---

**Propyzamid**

---

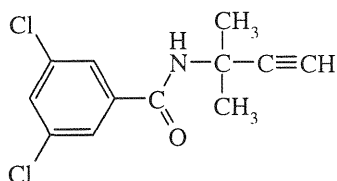
Methoden-Nr. 0350-B01

CAS-Nr. 23950-58-5

 $C_{12}H_{11}Cl_2NO$ 

M = 256,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 15 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | W. D. Weinmann, H.-G. Nolting  |
| <b>Zitat</b>                         | Propyzamid, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 350, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 5. Lieferung 1979, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propyzamid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (30:200 v/v) unter Schütteln (1 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen des Extraktes im Rotationsverdampfer, wäßrigen Rückstand wiederholt mit Gemisch Petrolether/Dichlormethan (8:2 v/v) extrahieren, vereinigte Extrakte einengen, Reinigung über Florisilsäule unter Verwendung von Petrolether/Dichlormethan als Eluent, Eluat zur Trockne eindampfen und in Aceton aufnehmen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Propyzamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 10% DC-200 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84 –100% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser.  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit etwa 0.01 mg/kg angegeben.   |

---

**Propyzamid**Methoden-Nr. 0350-B02

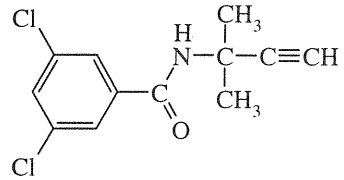
---

CAS-Nr. 23950-58-5

 $C_{12}H_{11}Cl_2NO$ 

M = 256,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 15 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Propyzamid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Propyzamid   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% ( $S_R = 20\%$ ) bei Zusätzen von 0,04 und 0,4 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Prosulfocarb**

---

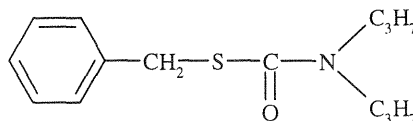
Methoden-Nr. 0763-B01

CAS-Nr. 52888-80-9

 $C_{14}H_{21}NOS$ 

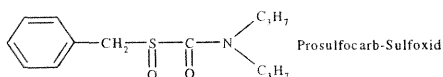
M = 251,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 13,2 mg/l



---

|                     |   |
|---------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b> | Zeneca  |
| <b>Autor</b>        | S. D. Jones   |
| <b>Zitat</b>        | The Determination of Residues of Prosulfocarb (ICIA0574) and Its Sulphoxide Metabolite in Soil, ARAM 204 (22. Oktober 1991) |
| <b>Prüflabor</b>    | ICI Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Prosulfocarb, Prosulfocarb-Sulfoxid (Metabolit)   |



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Acetonitril  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zentrifugat zur Trockne einengen, Rückstand in Toluol aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Prosulfocarb bzw. Prosulfocarb-Sulfoxid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare (0,53 mm) DB-5, Septum-Programmierbarer-Injektor  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Prosulfocarb: 88% (v = 7%, n = 23)<br>Prosulfocarb-Sulfoxid: 111% (v = 9%, n = 17)<br>bei Zusätzen von 0,02 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Zusatzversuche im Rahmen von Feldstudien in Deutschland brachten vergleichbare Ergebnisse mit Wiederfindungsraten von 86% für Prosulfocarb und 103% für Prosulfocarb-Sulfoxid. |



---

**Prosulfocarb**Methoden-Nr. 0763-B02

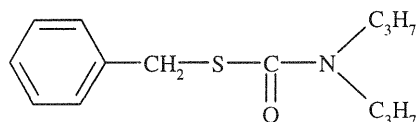
---

CAS-Nr. 52888-80-9

 $C_{14}H_{21}NOS$ 

M = 251,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 13,2 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca   |
| <b>Autor</b>                         | K. Kukla   |
| <b>Zitat</b>                         | Gas Chromatographic Determination of SC-0574 in Water, Soil, Wheat, and Barley, RRC-85-23 (4. Dezember 1985) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Stauffer Chemical Company, Richmond Research Center, Richmond, CA, USA                                       |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Prosulfocarb   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Wasser/Acetonitril (1:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Aluminiumoxidsäule unter Verwendung von Toluol/Ethylacetat (95:5 v/v) als Eluent                             |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Prosulfocarb   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare 5% Phenylmethylsilicon vernetzt, Splitless-Injektion                                  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Prosulfocarb: 103% (v = 9%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 und 0,1 mg/kg                                       |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Prosulfuron**Methoden-Nr. 0917-B01

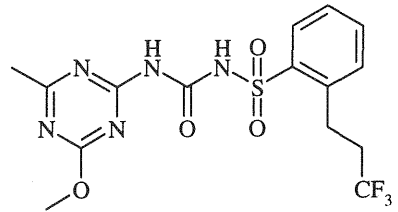
---

CAS-Nr. 94125-34-5

 $C_{15}H_{16}F_3N_5O_4S$ 

M = 419,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,0 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis   |
| <b>Autor</b>                         | J. D. Vargo  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of CGA-152005 and its Metabolites CGA-159902 and CGA-300406 (Desmethyl CGA-152005) in Water and Soil by High Performance Liquid Chromatography with Mass Spectrometric Detection including Validation Data, Method No. AG-600 (1. August 1993) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Corporation, Agricultural Division, Residue Chemistry Departement, Greensboro, NC, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Prosulfuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | 20% (v/v) Methanol/Phosphatpuffer  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | C18-SPE, Elution mit Acetonitril   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Prosulfuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-MS (Ionenspray-Interface), m/z 418, stationäre Phase: Zorbax Rx C8, mobile Phase: a) 0.1% (v/v) Essigsäure/Acetonitril, b) Essigsäure/Acetonitril/Wasser (0,1/25/74,9 v/v/v), Gradientenelution   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 79% (v = 12%, n = 20) bei Zusätzen von 0,5 - 50,0 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,25 µg/kg   |

---

**Prosulfuron**Methoden-Nr. 0917-B02

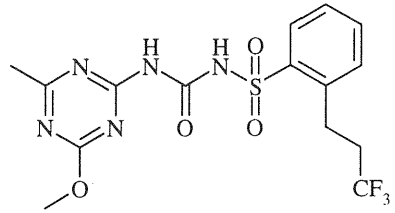
---

CAS-Nr. 94125-34-5

 $C_{15}H_{16}F_3N_5O_4S$ 

M = 419,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,0 g/l



---

|   |   |
|---|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                         | Novartis  |
| <b>Autor</b>                                | D. Hüglin   |
| <b>Zitat</b>                                | Determination of Residues of Parent Compound by Liquid Chromatography, REM 165.02 (10. März 1992)   |
| <b>Prüflabor</b>                            | Ciba-Geigy AG, Plant Protection, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                         | Prosulfuron   |
| <b>Probenmaterialien</b>                    | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                           | Methanol/Phosphatpuffer (80:20 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b>        | SPE an Chem-Elut-Kartusche, Elution mit Dichlormethan/Hexan (80:20 v/v), SPE an Kieselgel, Elution mit Dichlormethan/Methanol (96:4 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als Bestimmungsprinzip</b> | Prosulfuron<br>HPLC-UVD (230 nm), Säulenschaltung:<br>1. PRP-1, 2. Adsorbosphere HS C <sub>18</sub> , 3. Inertsil Phenyl, mobile Phase:<br>1. Phosphatpuffer pH 7/Acetonitril (62:38 v/v),<br>2. Phosphatpuffer pH 2,3/Acetonitril (57:43 v/v),<br>3. Phosphatpuffer pH 2,3/Acetonitril (51:49 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                    | 0,2 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>                  | 91% (v = 11%, n = 18) bei Zusätzen von 0,2 - 1,0 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                           | Keine Angaben   |

**Pymetrozin**

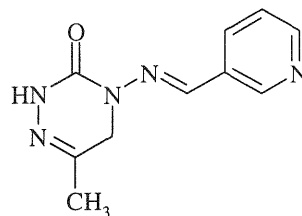
Methoden-Nr. 0929-B01

CAS-Nr. 123312-89-0

$C_{10}H_{11}N_5O$

M = 217,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 320 mg/l (pH 5),  
270 mg/l (pH 7 und 9)



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | G. W. Heinemann, N. Neppel  |
| <b>Zitat</b>                         | CGA 215944, Determination of Residues of Parent Compound by Liquid Chromatography, REM 154.03 (24. Februar 1992)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy, Plant Protection Division, Residue Analysis, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pymetrozin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Kochen unter Rückfluß mit Methanol/Boraxpuffer pH 9 (80:20)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Aliquoten Teil des Extraktes nach Zusatz von Boraxpuffer pH 9 im Vakuumrotationsverdampfer einengen, Zusatz von gesättigter Natriumchloridlösung, Verteilung über Extrelutsäule unter Verwendung von Ethylacetat als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pymetrozin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (300 nm), Säulenschaltung, stationäre Phase 1: Nucleosil NH <sub>2</sub> , mobile Phase 1: MTBE/Methanol (95:5 v/v), stationäre Phase 2: Nucleosil silica 100-5, mobile Phase 2: MTBE/Methanol (75:25 v/v)         |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 79% (v = 4%, n = 18) bei Zusätzen von 0,04 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Eine Bestimmungsgrenze von 0,02 mg/kg wird ohne entsprechende Validierungsdaten angegeben.  |

---

**Pyrazophos**Methoden-Nr. 0328-B01

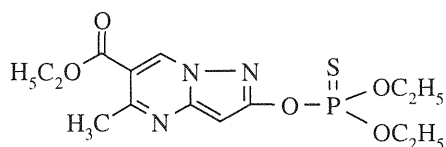
---

CAS-Nr. 13457-18-6

 $C_{14}H_{20}N_3O_5PS$ 

M = 373,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,2 mg/l



---

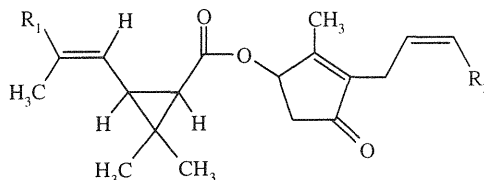
|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | W. Thier   |
| <b>Zitat</b>                         | Pyrazophos, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 328, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 6. Lieferung 1982, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Analytisches Laboratorium, Frankfurt/Main  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyrazophos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Im Soxhlet (8 h) mit Dichlormethan/Methanol (8:2 v/v) unter Zusatz von Wasser  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen des organischen Extraktes und Aufnahme des Rückstandes in Essigsäureethylester, gelchromatographische Reinigung   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pyrazophos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (P-Filter), alternativ PND, Glassäule 3% OV-101 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80 – 100% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Bestimmungsgrenze wird mit etwa 0,01 mg/kg angegeben.  |

**Pyrethrine**

Methoden-Nr. 0098-B01

CAS-Nr. 8003-34-7

Wasserlöslichkeit (20 °C):  
ca. 1 mg/l (Pyrethrin I)



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | H. Siltanen, C. Rosenberg, K. Tiitanen   |
| <b>Zitat</b>                         | Pyrethrins residues in soil, Pyrethrum Post, Volume <b>14</b> (3), 1978, 65 - 67 |
| <b>Prüflabor</b>                     | State Institute of Agricultural Chemistry, Finland                               |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyrethrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Soxhlet, Hexan oder Hexan/Aceton (9:1 v/v)                                       |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | -  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pyrethrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule FFAP oder 3% DC 11 auf Chrom W                             |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Keine Angaben  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (83 – 103%)  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben.                           |

Strukturformeln:

|              | <u>R1</u>           | <u>R2</u>                      |
|--------------|---------------------|--------------------------------|
| Pyrethrin I  | -CH <sub>3</sub>    | -CH=CH <sub>2</sub>            |
| Pyrethrin II | -COOCH <sub>3</sub> | -CH=CH <sub>2</sub>            |
| Cinerin I    | -CH <sub>3</sub>    | -CH <sub>3</sub>               |
| Cinerin II   | -COOCH <sub>3</sub> | -CH <sub>3</sub>               |
| Jasmolin I   | -CH <sub>3</sub>    | -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |
| Jasmolin II  | -COOCH <sub>3</sub> | -C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> |

---

**Pyridat**Methoden-Nr. 0610-B01

---

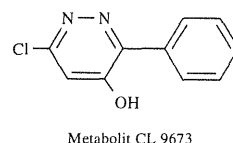
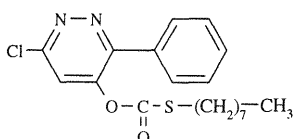
Pyridat (CL 9673 Metabolit)

CAS-Nr. 55512-33-9

 $C_{19}H_{23}ClN_2O_2S$  ( $C_{10}H_7ClN_2O$ )

M = 378,9 (206,5) g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,5 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Agrolinz   |
| <b>Autor</b>                         | W. Heegemann   |
| <b>Zitat</b>                         | Method of Analysis for Residues of Pyridate and CL 9673 in Soil (HPLC column switching technique), Report No. 762 a (August 1986)                              |
| <b>Prüflabor</b>                     | Chemie Linz AG, Research and Development Agrochemicals, Leonding, Österreich   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyridat, Metabolit CL 9673   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, 2.3, Farm A, Farm B)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Ammoniumacetatlösung pH 9, dabei Zersetzung von Pyridat zu CL 9673   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 6-Chlor-4-hydroxy-3-phenylpyridazin (CL 9673) als Summe von Pyridat und CL 9673  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), Säulenschaltung, Vorsäule: Spherisorb RP 18, analytische Säule: Ultrasphere ODS, mobile Phase: Wasser/Methanol/Essigsäure (50:50:0,5 v/v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | Pyridat: 0,1 mg/kg<br>Cl 9673: 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Pyridat: 72% (v = 5%, n = 23) bei Zusätzen von 0,1 – 0,5 mg/kg<br>Cl 9673: 77% (v = 4%, n = 69) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg                              |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

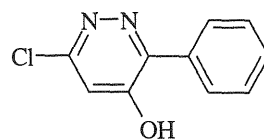
**Pyridat**Methoden-Nr. 0610-B02

---

Metabolit CL 9673 (6-Chlor-4-hydroxy-3-phenylpyridazin)

 $C_{10}H_7ClN_2O$ 

M = 206,5 g/mol

Metabolit CL 9673

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Agrolinz   |
| <b>Autor</b>                         | W. Heegemann   |
| <b>Zitat</b>                         | Method of Analysis for Determination of CL 9673 (6-Chlor-4-hydroxy-3-phenylpyridazin) in Soil, Report No. 744 (März 1982) und Addendum 1 (August 1984)                 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Chemie Linz AG, Research and Development Agrochemicals, Leonding, Österreich   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Metabolit CL 9673  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß im Soxhlet (2 h) mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktionsrückstand zur Trockne eindampfen und in Ammoniumacetatlösung aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 6-Chlor-4-hydroxy-3-phenylpyridazin (CL 9673)  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Polygosil 60-10 N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , mobile Phase: 0,2% Essigsäure in Methanol/0,2% Essigsäure in Wasser (7:93 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 16%, n = 11) bei Zusätzen von 0,04 – 0,44 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Gemäß Addendum 1 wird bei Gegenwart von Pyridat dieses durch Zugabe von Morpholin zum Acetonextrakt in CL 9673 umgewandelt und als solches mit bestimmt.               |



---

**Pyrifenox**

---

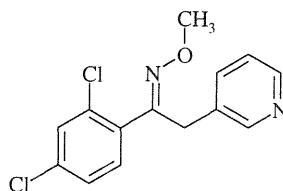
Methoden-Nr. 0777-B01

CAS-Nr. 88283-41-4

 $C_{14}H_{12}Cl_2N_2O$ 

M = 295,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 150 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers  |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit von Standard-Multimethode S19 - online für die Wirkstoffe Nuarimol, Pirifenox, Diethofencarb, Clomazone, Cyprodinil, Penconazol, Napropamid, Flutriafol, Fludioxonil, Parathion in Boden, Arbeitsbericht FC1198-2 (15. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyrifenox   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pyrifenox   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 13%, n = 9) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).       |

---

## Pyrimethanil

---

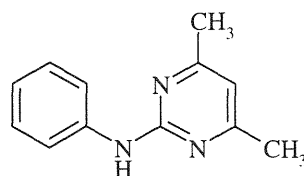
Methoden-Nr. 0900-B01

CAS-Nr. 53112-28-0

$C_{12}H_{13}N_3$

M = 199,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 160 mg/l (pH 4)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | A. Wrede-Rücker  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of Pyrimethanil in Soil by HPLC, U/R 38/93 – PA 100 309.5/16 (8. September 1993) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Pflanzenschutz, Zentrale Entwicklung, Umwelt/Rückstände, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyrimethanil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, humoser Sand, Lehm, sandiger Schluff)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen mit Aceton unter Rückfluß (1 h)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE auf Florisil unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Ethylacetat (9:1 v/v), anschließend SPE auf C18 und Elution mit Acetonitril    |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pyrimethanil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (268 nm), stationäre Phase: Nucleosil C18, mobile Phase: Acetonitril/Wasser (6:4 v/v)                                       |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 12%, n = 22) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |

---

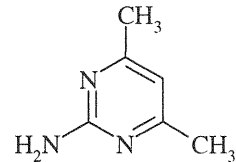
**Pyrimethanil**Methoden-Nr. 0900-B02

---

Metabolit: 2-Amino-4,6-dimethylpyrimidin

 $C_6H_9N_3$ 

M = 123,2 g/mol



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | A. Wrede-Rücker  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Residues of the Pyrimethanil Metabolite ZK 512 723 in Soil by GLC/MSD, U/R 15/93 – PA 100 309.5/16 (1. Juli 1993) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Schering AG, Pflanzenschutz, Zentrale Entwicklung, Umwelt/Rückstände, Berlin   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | 2-Amino-4,6-dimethylpyrimidin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger Lehm, Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen mit Ethylacetat unter Rückfluß  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtration durch Mikrofilter   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | 2-Amino-4,6-dimethylpyrimidin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS, SIM (m/z 123, 95), Quarzkapillare HP Ultra 2, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 77% (v = 21%, n = 18) bei Zusätzen von 0,05 – 10 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 0,02 mg/kg   |

---

**Pyrimethanil**Methoden-Nr. 0900-B03

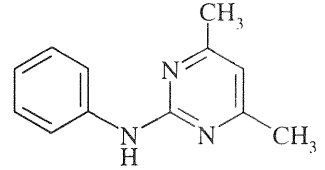
---

CAS-Nr. 53112-28-0

 $C_{12}H_{13}N_3$ 

M = 199,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 160 mg/l (pH 4)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenprothrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Pyrimethanil   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Pyrimethanil   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 92% (v = 18%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

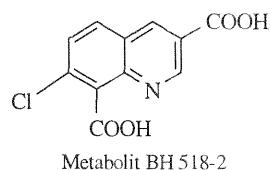
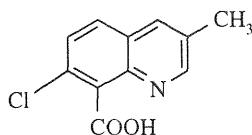
**Quinmerac**Methoden-Nr. 0867-B01

---

CAS-Nr. 90717-03-6

 $C_{11}H_8ClNO_2$ 

M = 221,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 223 mg/l  
(pH 7)

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | A. Krotzky, W. Dams  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatografische Bestimmung von Quinmerac und dessen Metaboliten BH 518-2 in Boden, Methode Nr. 267/1, Reg. Doc. Nr. BASF 92/10787 (29. Januar 1992) |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Produktsicherheit Pflanzenschutz Umweltchemie, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Quinmerac, Metabolit BH 518-2  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit Trispuffer pH 8,4  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung über Extrelut-Säule, Veresterung mit Diazomethan, SPE unter Verwendung von Octadecylsäule und Kieselsäule                                      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Quinmerac-Methylester, BH 518-2-Dimethylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare SE-54, Split-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Quinmerac: 86% (v = 15%, n = 8)<br>BH 518-2: 83% (v = 12%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 und 0,05 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Quinmerac**

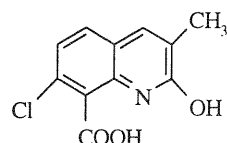
---

Methoden-Nr. 0867-B02

Metabolit BH 518-5

 $C_{11}H_8ClNO_3$ 

M = 237,6 g/mol



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | A. Krotzky, W. Dams  |
| <b>Zitat</b>                         | HPLC-Bestimmung des Quinmerac-Metaboliten BH 518-5 in Boden, Methode Nr. 282/1, Reg. Doc. Nr. BASF 92/10788 (6. Februar 1992)                                  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Produktsicherheit Pflanzenschutz Umweltchemie, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Quinmerac-Metabolit BH 518-5   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit Trispuffer pH 8,4  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Reinigung über Extrelut-Säule, SPE über Octadecylsäule, weitere Reinigung mittels HPLC mit Säulenschaltung unter Verwendung einer Vorsäule (Phenyl Spherisorb) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | BH 518-5   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (325 nm), stationäre Phase: C18 Nucleosil, mobile Phase: Wasser/Acetonitril/Tetrahydrofuran/Ameisensäure (96:3:0,5:0,5 v/v/v/v)                       |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 87% (v = 10%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 bzw. 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Quinoclammin**Methoden-Nr. 0852-B01

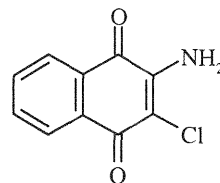
---

CAS-Nr. 2797-51-5

 $C_{10}H_6ClNO_3$ 

M = 207,6 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 23 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triconazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)      |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Quinoclammin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Quinoclammin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 5%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Quinoxifen**

---

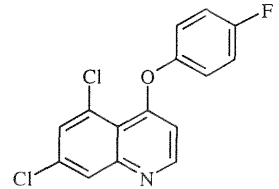
Methoden-Nr. 0915-B01

CAS-Nr. 124495-18-7

 $C_{15}H_8Cl_2FNO$ 

M = 308,14 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,047 mg/l



---

|  |  |
|--|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                      | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                             | F. Schmidt   |
| <b>Zitat</b>                             | XDE-795, Testing of the DFG Multimethod S 19, Az. 30923/95   |
| <b>Prüflabor</b>                         | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                      | Quinoxifen   |
| <b>Probenmaterialien</b>                 | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                        | Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und<br/>Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, GPC (Bereich<br>Elutionsvolumen 125 – 160 ml), Chromatographie an Mini-<br>Kieselgelsäule, Eluat 3 |
| <b>Endbestimmung als</b>                 | Quinoxifen   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>                | GC-ECD, Kapillarsäule DB-1   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                 | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>               | 93% (v = 3%, n = 4) bei Zusätzen von 0,01 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                        | Nicht aufgetreten  |



---

**Quinoxifen**

---

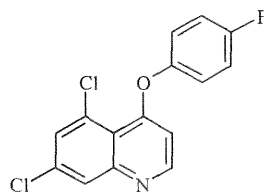
Methoden-Nr. 0915-B02

CAS-Nr. 124495-18-7

 $C_{15}H_8Cl_2FNO$ 

M = 308,14 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,047 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA  |
| <b>Autor</b>                         | K. Rogge, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Standard-Multimethoden S19 - online und der VDLUFA-Herbizid-Methode für die Wirkstoffe Lindan, Chlorpyrifos, Parathion, Quinoxifen, Aclonifen, Myclobutanil, Fenpropathrin, Pyrimethanil, Fluquinconazol und Pirimicarb in Boden, Arbeitsbericht FC1198-1 (30. März 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Quinoxifen   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v) und anschließend   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Quinoxifen   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 12%, n = 12) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).  |

---

**Quizalofop-P**Methoden-Nr. 0840-B01

---

Quizalofop-P-ethyl

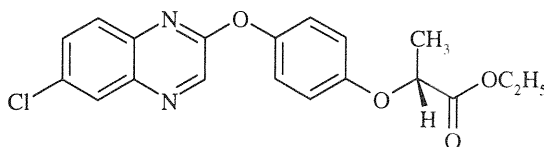
CAS-Nr. 100646-51-3

 $C_{19}H_{17}ClN_2O_4$ 

M = 372,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,0 mg/l

---



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc   |
| <b>Autor</b>                         | H.-J. Diehl   |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of the Method for the Determination of Quizalofop-ethyl and Quizalofop-acid in Soil, Study No. A & M 015-2/95 (16. August 1995)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | A & M, Labor für Analytik und Metabolismusforschung Service GmbH, Köln  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Quizalofop-P-ethyl, Quizalofop-P (freie Säure)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Homogenisieren (30 Min.) mit Magnetrührer unter Zusatz von Aceton/Ethanol/Wasser (50:25:25 v/v/v) und Hyflo-supercell  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen angesäuerter gesättigter Natriumchloridlösung und Hexan/Ethylacetat/ (70:30 v/v), Abtrennung von Quizalofop-P (-säure) aus der organischen Phase mit Natriumcarbonatlösung, nach Aufnahme in Hexan/Ethylacetat (70:30 v/v) Veresterung mit Diazomethan, Reinigung der beiden organischen Extrakte durch Säulenchromatographie unter Verwendung einer Florisilsäule und Dichlormethan/Aceton (95:5 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Quizalofop-P-ethyl, Quizalofop-P als Methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare HP-5, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Quizalofop-P (-ethyl): 92% (v = 3%, n =10) bzw. Quizalofop-P (-säure): 93% (v = 5%, n = 10 bei Zusätzen von 0,005 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 5 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Während des Analysenganges werden bei Arbeiten ohne Unterbrechung ca. 10% des Quizalofop-P-ethyl zur Säure gespalten.   |

## Rimsulfuron

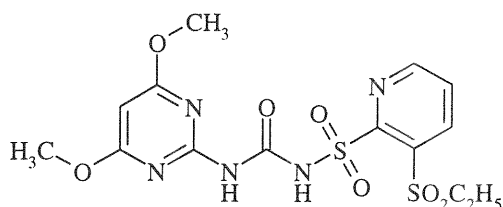
Methoden-Nr. 0846-B01

CAS-Nr. 122931-48-0

$C_{14}H_{17}N_5O_7S_2$

M = 431,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,3 g/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | J. S. Amoo   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Quantitation of DPX-E9636 in Soil by Liquid Chromatography, Report No. AMR 2231-91 (18. Oktober 1993)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc., Agricultural Products Department, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                                     |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Rimsulfuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (10 Min.) mit Acetonitril/Dichlormethan (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Überführung in Phosphatpufferlösung, ansäuern mit konz. Phosphorsäure auf pH 2,5 – 3,5, zentrifugieren und filtrieren  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Rimsulfuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), Säulenschaltung, Säule 1: Zorbax Phenyl (zur Abtrennung störender Verbindungen), Säule 2: Zorbax R <sub>x</sub> -C8 unter Verwendung von Methanol/Wasser (20:80 v/v) als Eluent |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,2 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 11%, n = 24) bei Zusätzen von 0,2 – 1 µg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | 0,006 µg/kg  |

**Rimsulfuron**

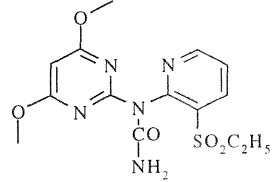
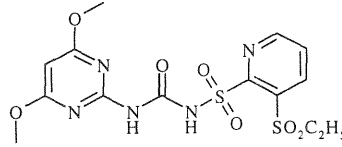
Methoden-Nr. 0846-B02

CAS-Nr. 122931-48-0

$C_{14}H_{17}N_5O_7S_2$

M = 431,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,3 g/l



Metabolit: IN-70941

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | L. M. Shalaby   |
| <b>Zitat</b>                         | Residue Method for the Analysis of DPX-E9636 and its Major Metabolite IN-70941 in Soil by Thermospray LC/MS, Report No. AMR 1184-88 (20. Dezember 1988)                   |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc., Agricultural Products Department, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA            |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Rimsulfuron, IN-70941 (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Mixen unter Ultraschall mit Acetonitril/Wasser (80:20 v/v), Zentrifugation und Filtration  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Rimsulfuron, IN-70941   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-MS, stationäre Phase: Spherisorb ODS, mobile Phase: Acetonitril/ 0,1 M Essigsäure (40:60 v/v), Thermospray, SIM-Modus, IN-70941 m/z 325, Rimsulfuron m/z 156 und 199 |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Rimsulfuron: 85% (v = 16%, n = 8) bzw.<br>IN-70941: 100% (v = 11%, n = 8) bei Zusätzen von<br>0,02 – 0,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |

---

**Schwefel**

---

Methoden-Nr. 0184-B01

---

CAS-Nr. 7704-34-9

S<sub>8</sub>

M = 256,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,06 mg/l

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | J. Elzner  |
| <b>Zitat</b>                         | Schwefel, Hochdruck-flüssigchromatographische Bestimmung, Methode 184-B, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 8. Lieferung 1985, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Schwefel   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Gemisch Wasser/Methanol/Dichlormethan (1:1:6 v/v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Dichlormethanphase im Rotationsverdampfer zur Trockne eindampfen, Rückstand in Isooctan/Isopropanol (80:20 v/v) aufnehmen, Reinigung über Kieselgelsäule, Eluat (Isooctan/Isopropanol 97:3 v/v) zur Trockne eindampfen und unter Einsatz von Ultraschall in Dichlormethan/Methanol (5:95 v/v) lösen            |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Schwefel   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (260 nm), stationäre Phase: Polygosil 60-5 C18, mobile Phase: Dichlormethan/Methanol (5:95 v/v)   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 75% bei: Zusätzen von 1 – 10 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 1,0 mg/kg an gegeben.<br>Die Analysenlösungen sollten dem Sonnenlicht so wenig wie möglich ausgesetzt werden. Bei Extrakten mit hohem Wirkstoffgehalt und geringem Anteil an Begleitstoffen kann die säulenchromatographische Reinigung entfallen. |

---

**Simazin**Methoden-Nr. 0101-B01

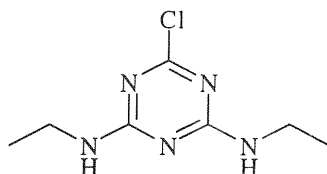
---

CAS-Nr. 122-34-9

 $C_7H_{12}ClN_5$ 

M = 201,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 5 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | K. Ramsteiner, W. D. Hörmann, D. O. Eberle  |
| <b>Zitat</b>                         | Multiresidue Method for the Determination of Triazine Herbicides in Field-Grown Agricultural Crops, Water, and Soils, Journal of the AOAC <b>57</b> (1), 192-201, 1974                                  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Ltd., Agrochemicals Division, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Simazin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Ton, humoser Lehm, Sand, sandiger Lehm)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion (2 h) mit Methanol und Wasser (20% bezogen auf Trockengewicht der Bodenprobe)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zugabe von Natriumchloridlösung zum Extrakt und Ausschütteln mit Chloroform, säulenchromatographische Reinigung über Aluminiumoxid unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Ethylether (2:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Simazin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-AFID, alternativ Coulson Elektrolytleitfähigkeitsdetektor, Glassäule Carbowax 20M auf Chromosorb G   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (80 – 122%, n = 15) bei Zusätzen von 0,02 und 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode ist auch geeignet für die Bestimmung von Terbutryn (s. Methode Nr. 0246-B01) und weiteren Triazinen.  |

---

**Spiroxamin**

---

Methoden-Nr. 0914-B01

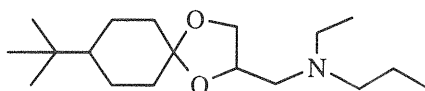
Diastereomere A und B

CAS-Nr. 118134-30-8

 $C_{18}H_{35}NO_2$ 

M = 297,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): > 200 g/l (pH 3)  
470 / 340 mg/l (pH 7)  
14 / 14 mg/l (pH 9)



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | H. Sommer   |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of the Method 00352 (RA-294/94) for Gaschromatographic Determination of KWG 4168 and the Metabolites KWG 4557 and KWG 4669 in Soil (1. Juni 1994)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Institute for Metabolism Research and Residue Analysis, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Spiroxamin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1 und 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Soxtec mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | –   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Spiroxamin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MSD, Kapillarsäule HP Ultra 1, Splitless Injektion, SIM m/z 100, 126   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% (v = 15%, n = 35) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,003 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Beim Wirkstoff Spiroxamin handelt es sich um ein Gemisch zweier Diastereomere, die etwa im Verhältnis 1:1 vorliegen. Bei der Bestimmung des Wirkstoffs mittels Kapillar-Gaschromatographie werden sie getrennt, einzeln detektiert und als Summe quantifiziert. Dies gilt analog auch für die Metabolite, die mit der Methode ebenfalls bestimmt werden können (Desethyl-Spiroxamin, Despropyl-Spiroxamin). |

**Sulcotrion**

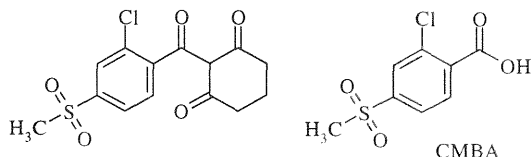
Methoden-Nr. 0897-B01

CAS-Nr. 99105-77-8

 $C_{14}H_{13}ClO_5S$ 

M = 328,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 165 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | A. Newcombe   |
| <b>Zitat</b>                         | ICIA0051: Validation of a Method for the Determination of Residues in Soil, RJ 1867B (15. Juni 1995)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Zeneca Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Sulcotrion (ICIA0051), CMBA (Hauptmetabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit Acetonitril/0,1 M Salzsäure (90:10)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion mit Dichlormethan nach Ansäuern auf pH 1, Sulcotrion: bei Böden mit hohem Gehalt an organischem Material SPE unter Verwendung von Bond-Elut-Säule, CMBA: Derivatisierung mit N-Methyl-N-(t-butyl dimethylsilyl)-trifluoracetamid |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Sulcotrion, CMBA-Silylderivat   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | Sulcotrion: HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Kromasil KR100-5C18, mobile Phase: Wasser + 2% Eisessig + 0,2% Orthophosphorsäure/Methanol, Gradientenelution, CMBA-Derivat: GC-MS (EI), SIM-Modus (m/z 291, 293), Kapillare DB 17         |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Sulcotrion: 92% (v = 12%, n = 16), CMBA: 88% (v = 11%, n = 16) bei Zusätzen entsprechend 0,01 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bestätigung der Ergebnisse für Sulcotrion durch Bestimmung mittels HPLC-MS-MS   |



---

**Sulfachinoxalin**Methoden-Nr. 0329-B01

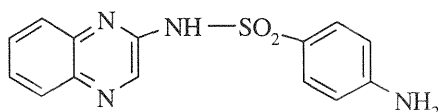
---

CAS-Nr. 59-40-5

 $C_{14}H_{12}N_4O_2S$ 

M = 300,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 7,5 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Frunol   |
| <b>Autor</b>                         | W. Winkelmann  |
| <b>Zitat</b>                         | Entwicklung einer Analysenmethode zur Bestimmung von Sulfachinoxalin in Boden, Az. 91.473/92 A (1. Juni 1992)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Sulfachinoxalin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mit Methanol unter Anwendung von Schütteln und Ultraschall   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrate zur Trockne eindampfen und in Methanol + Eisessig aufnehmen, Reinigung auf einer Kationenaustauschersäule (Baker 7090-03), nach Durchleiten von Ammoniakgas durch die Säule wird mit Methanol eluiert |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Sulfachinoxalin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (254 nm), stationäre Phase: RP-18 LiChrospher 100, mobile Phase: Acetonitril/Wasser/Eisessig (20:80:0,1 v/v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 74% (v = 8%, n = 6) bei Zusätzen von 0,01 – 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Sulfotep**Methoden-Nr. 0104-B01

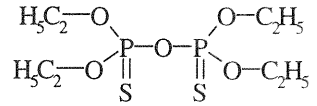
---

CAS-Nr. 3689-24-5

 $C_8H_{20}O_5P_2S_2$ 

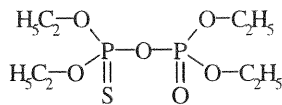
M = 322,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 10 mg/l

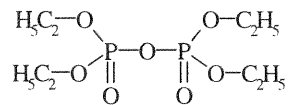


---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Dräger  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Methode zur Bestimmung von Sulfotepp, Monothiotep und Tepp in Bodenproben, RA-642/196B (23. Juni 1983)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Sparte Pflanzenschutz, Institut für Metabolismusforschung und Rückstandsanalytik, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Sulfotep   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat mit Wasser versetzen und mit Dichlormethan extrahieren, Überführung in Aceton, Zugabe von Fällungslösung (Ammoniumchlorid, Phosphorsäure), Filtrat mit Dichlormethan extrahieren |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Sulfotep   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 1% XE-60 auf Chromosorb G AW   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 99% (v = 6%, n = 4) bei Zusätzen von 0,05 und 0,1 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode ist auch geeignet zur Bestimmung von Monothiotep und Tepp.   |



Monothiotep



Tepp

---

**Tebuconazol**Methoden-Nr. 0784-B01

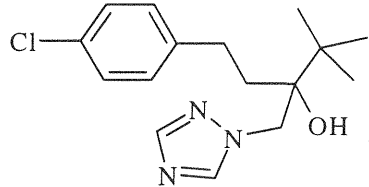
---

CAS-Nr. 107534-96-3

 $C_{16}H_{22}ClN_3O$ 

M = 307,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 32 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | W. Maasfeld   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung von Rückständen des Fungizids ®Folicur in Pflanzenmaterial, Boden und Wasser, Pflanzenschutz-Nachrichten Bayer <b>40</b> (1), 29-48, 1987 |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz-Forschung, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tebuconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion (4 h) mit Methanol/Wasser (7:3 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen bis zum wäßrigen Rest, Extraktion mit Dichlormethan, GPC auf Bio Beads S-X3, Elution mit Cyclohexan/Essigsäureethylester (Elutionsbereich 115 – 160 ml)                        |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tebuconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare HP-5 oder Glassäule 3% SP2100 auf Supelcoport  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 97% bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

---

**Tebuconazol**Methoden-Nr. 0784-B02

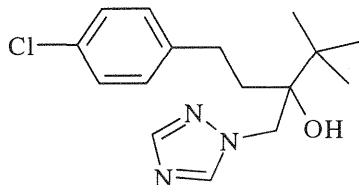
---

CAS-Nr. 107534-96-3

 $C_{16}H_{22}ClN_3O$ 

M = 307,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 32 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | H. Allmendinger   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung von Rückständen der Fungizide Folicur® und Bayfidan® in Pflanzenmaterial und Boden, Pflanzenschutz-Nachrichten Bayer <b>44</b> (1), 5-66, 1991                          |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tebuconazol   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)  |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion (4 h) mit Methanol/Wasser (7:3 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen bis zum wäßrigen Rest, SPE auf Chem-Elutsäule, Elution mit Cyclohexan/Essigsäureethylester (85:15 v/v), anschließend Säulenchromatographie an Kieselgel unter Verwendung von Essigsäureethylester als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tebuconazol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Quarzkapillare DB 1701 oder Ultra 2, Splitless-Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 3%, n = 12) bei Zusätzen von 0,05 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |

## Tebufenozid

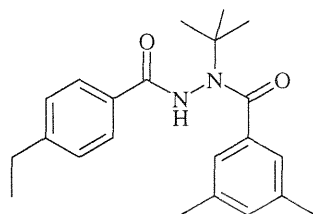
Methoden-Nr. 0905-B01

CAS-Nr. 112410-23-8

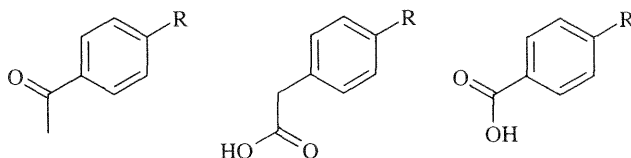
$C_{22}H_{28}N_2O_2$

M = 352,5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,8 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rohm und Haas Deutschland   |
| <b>Autor</b>                         | J. Sabel  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Bestimmung von Hoe 105540 (RH-5992) und Metaboliten in Boden, Bericht Nr. 239-93 (3) (9. September 1993)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst, Analytisches Laboratorium Frankfurt  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tebufenozid   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Ultraschallbehandlung nach Zugabe von 40 ml Wasser und 100 ml 0,5 M HCl/Methanol (3:7 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von 5% NaCl-Lösung Flüssig-flüssig-Verteilung in Dichlormethan, Methylierung mit Dimethylsulfat/2 M NaOH, nach Zugabe von 5% NaCl-Lösung und Einstellen auf pH 2-3 Flüssig-flüssig-Verteilung in Dichlormethan, Veresterung mit Diazomethan |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-Methyl-Derivat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, widebore Kapillarsäule HP-1, on column Injektion  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 5%, n = 6) bei Zusätzen von 0,01 – 0,4 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Der zweite Methylierungsschritt (Diazomethan) dient zur Veresterung von Metaboliten, die mit der Methode ebenfalls bestimmt werden können:  |



---

**Tebufenpyrad**Methoden-Nr. 0886-B01

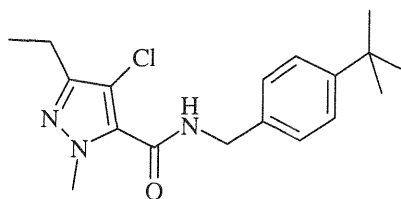
---

CAS-Nr. 119168-77-3

 $C_{18}H_{24}ClN_3O$ 

M = 333,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 2,4 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | W. Specht  |
| <b>Zitat</b>                         | Tebufenpyrad, Validation of the DFG-Multimethod S 19, Az. 87073-75/91 and 87561/91   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dr. Specht & Partner, Chemische Laboratorien GmbH, Hamburg   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tebufenpyrad   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (2:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Aceton/Dichlormethan, GPC (Bereich Elutionsvolumen 105 – 145 ml), Chromatographie an Mini-Kieselgelsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tebufenpyrad   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, DB-5 widebore Kapillarsäule, Splitless Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 103% (v = 7%, n = 6) bei Zusätzen von 0,01 – 0,5 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

---

**Teflubenzuron**Methoden-Nr. 0682-B01

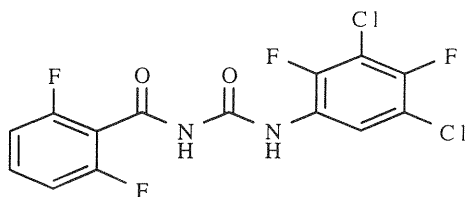
---

CAS-Nr. 83121-18-0

 $C_{14}H_6Cl_2F_4N_2O_2$ 

M = 381,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): &lt; 0,01 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur Rückstandsbestimmung von Teflubenzuron (CME 134) in pflanzlichem Material und Erde, Doc. No. 134AX-522-009 (21. November 1988)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Shell Research Ltd., Environmental Research Department, Sittingbourne Research Centre, Sittingbourne, Kent, UK   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Teflubenzuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton und Aceton/Wasser (80:20 v/v) im Ultraschallbad 5 Min.  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung zwischen wäßriger Kochsalzlösung und <i>n</i> -Hexan, Überführung der organischen Phase in Toluol und gelchromatographische Trennung, nachfolgend Säulenchromatographie unter Verwendung einer Kieselgelsäule und Toluol als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Teflubenzuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV-D (254 nm), stationäre Phase: RP-18 Supersher 125-4 (Merck), mobile Phase: Acetonitril/Methanol/Wasser (5:2:3 v/v/v)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 10%) bei Zusätzen von 0,01 – 2,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

**Tefluthrin**

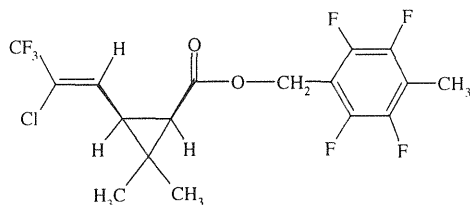
Methoden-Nr. 0778-B01

CAS-Nr. 79538-32-2

$C_{17}H_{14}ClF_7O_2$

M = 418,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,02 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | A. Sapiets  |
| <b>Zitat</b>                         | The determination of residues of PP993 in crops and soil – a gas-liquid chromatographic method using an internal standard, Plant protection division residue analytical method No. 85/1 (29. Juli 1986) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Jealott's Hill Research Station, Berkshire  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tefluthrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Erhitzen unter Rückfluß mit Acetonitril   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Zugabe von Wasser Verteilung in Hexan, Florisilsäule, Elution mit Diethylether/Hexan (25:75 v/v), Florisilsäule, Elution mit Diethylether/Hexan (10:90 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tefluthrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 2% SP 2330 auf Chromosorb W-HP oder GC-ECD, Kapillarsäule OV 101  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,025 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 13%, n = 17) bei Zusätzen von 0,025 – 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |



## Tefluthrin

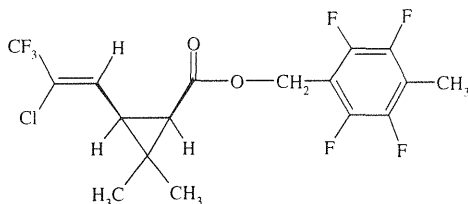
Methoden-Nr. 0778-B02

CAS-Nr. 79538-32-2

$C_{17}H_{14}ClF_7O_2$

$M = 418,7 \text{ g/mol}$

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,02 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tefluthrin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tefluthrin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 4%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 3 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

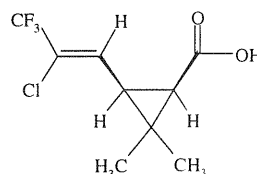
**Tefluthrin**Methoden-Nr. 0778-B03

---

Metabolit PP890

 $C_8H_{10}ClO_2$ 

M = 209,1 g/mol



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Zeneca  |
| <b>Autor</b>                         | D. Murnane, O. J. Tummon  |
| <b>Zitat</b>                         | Plant Protection Residue Analytical Method No. 127, the Determination of Residues of PP890 in Crops and Soil, a GLC Method  |
| <b>Prüflabor</b>                     | ICI Agrochemicals, Jealott's Hill Research Station, Bracknell, Berkshire, UK  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | (1RS)-cis-3-(ZE-2-Chlor-3,3,3-trifluorprop-1-enyl)-2,2-dimethylcyclopropanecarbonsäure (PP890)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion (1 h) mit Acetonitril/Wasser (7:3 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE über Sep-Pak C18, Elution mit Wasser/Acetonitril (1:1 v/v), nach Zugabe von Salzsäure Extraktion mit Dichlormethan, Umsetzung mit Tetrabutylammoniumhydroxid/Benzylbromid, Reinigung auf Florisilsäule unter Verwendung von Hexan/Diethylether (9:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | PP890-benzylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Quarzkapillare RSL 200, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 24%, n = 21) bei Zusätzen von 0,02 – 0,1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Qualitative und quantitative Bestätigung der Ergebnisse durch GC-MS wird empfohlen  |

**Terbufos**

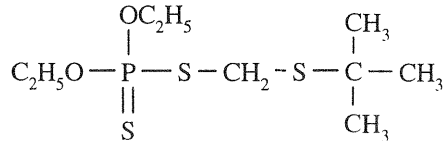
Methoden-Nr. 0459-B01

CAS-Nr. 13071-79-9

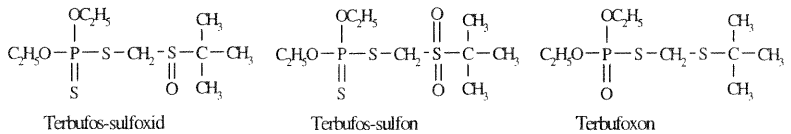
C<sub>9</sub>H<sub>21</sub>O<sub>2</sub>PS<sub>2</sub>

M = 288,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 4,9 mg/l



|                     |  |
|---------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b> | Cyanamid   |
| <b>Autor</b>        | M. Roman   |
| <b>Zitat</b>        | Counter® Terbufos (CL 92,100): Validation of GC Method M-1784 for the Separate Determination of CL 92,100 and Metabolites (CL 94,221; CL 94,301; CL 94,320) in Soil, Report No. C-3020 (19. November 1987) |
| <b>Prüflabor</b>    | American Cyanamid Company, Agric. Research Division, Chemical Development, Princeton, USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b> | Terbufos, Metabolite Terbufos-sulfoxid (CL 94,301), Terbufos-sulfon (CL 94,320), Terbufoxon (CL 94,221)  |



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Methanol/Wasser (9:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zugabe von Natriumchlorid-Lösung zum Filtrat, Extraktion mit Dichlormethan, vereinigte Extrakte zur Trockne einengen und mit Aceton aufnehmen   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Terbufos, Terbufos-sulfoxid, Terbufos-sulfon, Terbufoxon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD, Glassäule 1% EGSS-X auf Supelcoport   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Terbufos: 98% (v = 3%, n = 13),<br>Terbufos-sulfoxid: 102% (v = 6%, n = 10),<br>Terbufos-sulfon: 99% (v = 5%, n = 10),<br>Terbufoxon: 97% (v = 3%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 – 20 mg/kg |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 4 µg/kg   |

---

**Terbuthylazin**Methoden-Nr. 0316-B01

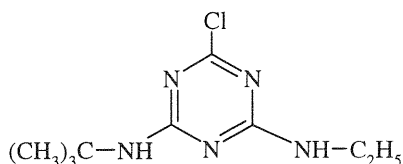
---

CAS-Nr. 5914-41-3

 $C_9H_{16}ClO_5$ 

M = 229,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 8,5 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbacher, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Terbuthylazin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Terbuthylazin  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 107% ( $S_R = 21\%$ ) bei Zusätzen von 0,04 und 0,4 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Terbutryn**Methoden-Nr. 0246-B01

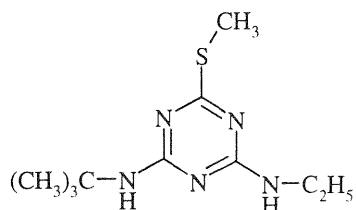
---

CAS-Nr. 886-50-0

 $C_{10}H_{19}N_5S$ 

M = 241,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 25 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | K. Ramsteiner, W. D. Hörmann, D. O. Eberle   |
| <b>Zitat</b>                         | Multiresidue Method for the Determination of Triazine Herbicides in Field-Grown Agricultural Crops, Water, and Soils, Journal of the AOAC <b>57</b> (1), 192-201, 1974                                   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Ltd., Agrochemicals Division, Basel, Schweiz  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Terbutryn  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Ton, sandiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Heißextraktion (2 h) mit Methanol unter Zugabe von 20% Wasser bezogen auf Trockengewicht Boden   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Zugabe von Natriumchlorid-Lösung zum Extrakt und Ausschütteln mit Chloroform, säulenchromatographische Reinigung über Aluminiumoxid unter Verwendung von <i>n</i> -Hexan/Ethylether (2:1 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Terbutryn  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, alternativ Coulson Elektrolytleitfähigkeitsdetektor oder FPD, Glassäule Carbowax 20M auf Chromosorb G  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (92 – 96%, n = 6) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,02 mg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Methode ist auch geeignet für die Bestimmung von Simazin (s. Methode Nr. 0101-B01) und weiteren Triazinen.   |

---

**Terbutryn**

---

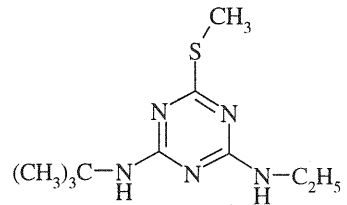
Methoden-Nr. 0246-B02

CAS-Nr. 886-50-0

 $C_{10}H_{19}N_5S$ 

M = 241,4g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,025 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | VDLUFA (Hrsg.)   |
| <b>Zitat</b>                         | Bestimmung von Herbiziden in Böden mittels Hochleistungsflüssigkeitschromatographie mit UV-Detektion, bearbeitet von G. Offenbächer, Methodenbuch, Band VII, Umweltanalytik, VDLUFA-Verlag, Darmstadt, 1. Teillieferung 1996 |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Terbutryn  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasser/Aceton (1:2 v/v), Schütteln   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Dichlormethan oder Petrolether, Einengen, Umlösen in Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v), optionale Reinigung über GPC: stationäre Phase: Bio Beads SX-3, Elution mit Cyclohexan/Aceton (1:1 v/v),                  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Terbutryn  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (220 bzw. 240 nm), stationäre Phase: Lichrospher 60 RP-select B, mobile Phase: Wasser/Acetonitril (80:20 v/v), Wasser/Acetonitril (10:90 v/v), Gradientenelution  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 127% ( $S_R = 8\%$ ) bei Zusatz von 0,02 mg/kg, 153% ( $S_R = 60\%$ ) bei Zusatz von 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die GPC kann auch mit den Elutionsgemischen Cyclohexan/Ethylacetat oder Cyclohexan/Dichlormethan durchgeführt werden. Weitere Aufreinigungsverfahren werden beschrieben.   |

---

**Tetraconazol**Methoden-Nr. 0941-B01

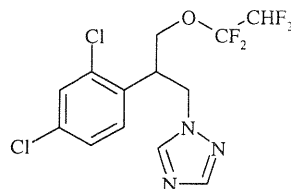
---

CAS-Nr. 112281-77-3

 $C_{13}H_{11}Cl_2F_4N_3O$ 

M = 372,14 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 157 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tetraconazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tetraconazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 10%, n = 9) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Thiabendazol**Methoden-Nr. 0256-B01

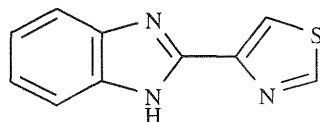
---

CAS-Nr. 148-79-8

 $C_{10}H_7N_3S$ 

M = 201,2 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 30 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Novartis  |
| <b>Autor</b>                         | J. Fieser, B. Jacobson  |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method: Terrestrial Field Dissipation for Thiabendazole in Wheat, ABC LABS No. 37853 (25. Januar 1994)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | ABC Laboratories, Columbia, Missouri, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Thiabendazol, Benzimidazol (Metabolit)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (1 h) mit 6 M HCl/Dimethylformamid (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Alkalisieren ausschütteln mit Ethylacetat, organische Extrakte überführen in verdünnte Essigsäure  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Thiabendazol bzw. Benzimidazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Thiabendazol: Anregung 300 nm, Emission 350 nm, Benzimidazol: Anregung 271 nm, Emission 300 nm), stationäre Phase: Supelco LC-8-DB, mobile Phase Thiabendazol: Wasser/Methanol (60:40 v/v), mobile Phase Benzimidazol: Wasser/Methanol (70:30 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Thiabenzol: 80% (v = 11%, n = 59), Benzimidazol: 82% (v = 9%, n = 59) bei Zusätzen von 0,01 – 1 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bestätigung von Thiabendazolrückständen mittels GC-MS   |



---

**Thifensulfuron**Methoden-Nr. 0761-B01

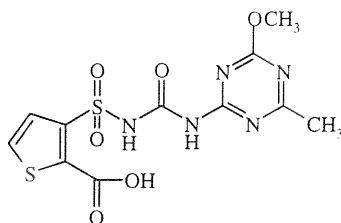
---

CAS-Nr. 79277-67-1

 $C_{11}H_{11}N_5O_6S_2$ 

M = 373,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 17 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley   |
| <b>Zitat</b>                         | Method for the Determination of IN-L9225 (Harmony® Herbicide Metabolite) in Soil, Report No. AMR 1554-89 (25. August 1989)                                     |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc., Agricultural Products Department, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Thifensulfuron (Metabolit IN-L9225 von Thifensulfuron-methyl)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Acetonitril/Wasser (80:20 v/v) unter Anwendung von Ultraschall   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE des wäßrigen Extraktes bei pH 8 unter Verwendung von SAX Bond-Elut und Methanol/Eisessig (50:50 v/v) als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Thifensulfuron   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV (254 nm), stationäre Phase: Zorbax Phenyl, mobile Phase: Acetonitril/5 mM Natriumacetatpuffer pH 3,5 (10:90)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (v = 18%, n = 6) bei Zusätzen von 0,005 – 0,02 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Gemäß Kontrollchromatogramm < Bestimmungsgrenze  |

---

**Thifensulfuron**Methoden-Nr. 0761-B02

---

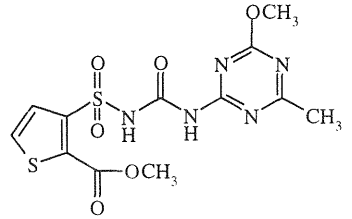
Thifensulfuron-methyl

CAS-Nr. 97277-27-3

 $C_{12}H_{13}N_5O_6S_2$ 

M = 387,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 6,3 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley, P. A. deBernard, L. J. Mulcahey   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Thifensulfuron methyl, Metsulfuron methyl, Chlorsulfuron, Tribenuron methyl and DPX-KE459 in Soil, AMR 2480-92 (3. Oktober 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                             |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Thifensulfuron-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 100 mM Ammoniumcarbonat-Lösung, Mixen   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an C-18- und Kieselgel-Kartusche, jeweils Elution mit Ethylacetat versetzt mit 0,1% Eisessig (v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Thifensulfuron-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (245 nm), stationäre Phase: SB-Phenyl, Gradient: Acetonitril/Phosphatpuffer pH 2,7/pH 6,2  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 83% (v = 12%, n = 15) bei Zusätzen von 1 - 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Auch zur Bestimmung weiterer Sulfonylharnstoffe verwendbar  |

**Thiodicarb**

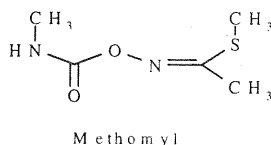
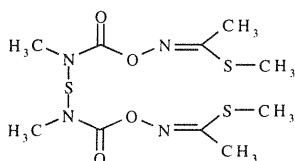
Methoden-Nr. 0838-B01

CAS-Nr. 59669-26-0

$C_{10}H_{18}N_4O_4S_3$

M = 354.5 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 19 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Rhône-Poulenc  |
| <b>Autor</b>                         | T. R. Langdon, T. W. Hunt  |
| <b>Zitat</b>                         | Thiodicarb, HPLC Method of Analysis for Thiodicarb and Methomyl in Soil, SOP-90318 (9. Januar 1989)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Rhône-Poulenc Ag Company   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Thiodicarb, Methomyl (Metabolit)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Aceton/Wasser (50:50 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der wäßrigen Phase mit Dichlormethan, Überführung in Methanol   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Thiodicarb bzw. Methomyl, Nachsäulen-Reaktion mit NaOH und Phthaldicarboxaldehyd   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-FD (Anregung 340 nm, Emission 455 nm), stationäre Phase: Zorbax-Phenyl-Säule, mobile Phase: Acetonitril/Wasser 15:85 (v/v) für Methomyl bzw. 40:60 (v/v) für Thiodicarb |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Thiodicarb: 92% (75 – 107%, n = 31) bei Zusätzen von 0,001 – 2 mg/kg,<br>Methomyl: 92% (74 – 112%, n = 66) bei Zusätzen von 0,001 – 5 mg/kg                                  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

**Thiophanat-methyl**

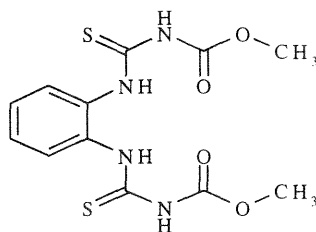
Methoden-Nr. 0370-B01

CAS-Nr. 23564-05-8

$C_{12}H_{14}N_4O_4S_2$

M = 342,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 22 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Nippon Soda   |
| <b>Autor</b>                         | T. Gomyo, A. Nakazawa   |
| <b>Zitat</b>                         | Validation of Analytical Method for Determination of Thiophanate-methyl and Its Degradation Product MBC in Soil, Report No. EC-786 (16. April 1986)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Odawara Laboratory Nisso Chemical Analysis Service Co., Japan   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Thiophanat-methyl, Carbendazim (Metabolit MBC)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Methanol/0,1 M Ammoniumchlorid (8:2 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Einstellen auf pH 6-7 Waschen mit Hexan, Flüssig-flüssig-Verteilung in Dichlormethan, Umwandlung zu Carbendazim durch Erhitzen unter Rückfluß mit Essigsäure und Kupfer(II)acetat, nach Zugabe von 1 M HCl waschen mit Chloroform, Flüssig-flüssig-Verteilung in Chloroform nach Einstellen auf pH 6,5-6,8 |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Carbendazim (Methylbenzimidazol-2-ylcarbamat)   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), stationäre Phase: Zorbax BP NH <sub>2</sub> , mobile Phase: 3% Methanol/Dichlormethan (T = 40°C)   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Thiophanat-methyl: 83% (v = 5%, n = 8), Carbendazim: 88% (v = 1%, n = 8) bei Zusätzen von 0,05 und 2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 7 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Als alternative Detektionstechnik kann ein Fluoreszenzdetektor verwendet werden (Anregung 280 nm, Emission 310 nm).   |

---

**Tolclofos-methyl**Methoden-Nr. 0621-B01

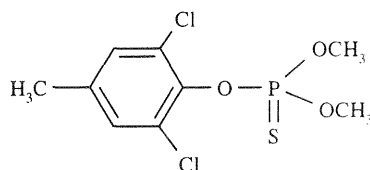
---

CAS-Nr. 57018-04-9

 $C_9H_{11}Cl_2O_3PS$ 

M = 301,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,5 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Spiess   |
| <b>Autor</b>                         | E. Zietz   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of the Degradation of Tolclofos-methyl According to the BBA Guideline for Testing of Plant Protection Products (Part IV-4-1) – Analytical Data, BE-EMA-16-89-02-DEG1 (10. Januar 1990) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Battelle Europe, Battelle-Institut e.V., Biological and Environmental Sciences, Frankfurt am Main  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tolclofos-methyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Ethylacetat unter Zugabe von Salzsäure  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Chromatographie auf Kieselgelsäule unter Verwendung von Toluol als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tolclofos-methyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MS (m/z 265), Quarzkapillare DB 1301, Splitless-Injektion   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 80% (v = 11%, n = 12) bei Zusätzen von 0,001 – 0,01 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Nicht aufgetreten  |

## Tolyfluanid

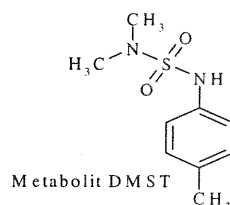
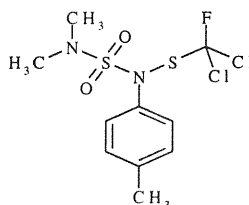
Methoden-Nr. 0371-B01

CAS-Nr. 731-27-1

$C_{10}H_{13}Cl_2FN_2O_2S_2$

M = 347,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,9 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer   |
| <b>Autor</b>                         | K. Vogeler, W. Piorr  |
| <b>Zitat</b>                         | Gaschromatographische Methode zur Bestimmung von Dichlofluanid- bzw. Tolyfluanid-Rückständen sowie deren Abbauprodukte Dimethylaminsulfanilid bzw. Dimethylaminosulfotoluidid in Pflanzenmaterial und Boden, RA-956 (19. Dezember 1977)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz Anwendungstechnik, Biologische Forschung, Institut für Rückstandsanalytik, Leverkusen und Rückstandslabor Fresenius-Piorr, Hockenheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tolyfluanid, Dimethylaminosulfotoluidid (DMST)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (5 h) mit Methanol/Wasser (20:6 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen bis zum wäßrigen Rest, anschließend Extraktion mit Dichlormethan, Extrakt zur Trockne eindampfen und nach Zusatz von Natronlauge 0,5 h bei 80 °C verseifen, Extraktion bei pH 6 mit Dichlormethan  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | DMST  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (S-Filter), Reoplex 400 oder DC 200 auf Gaschrom Q oder Chromosorb W   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Tolyfluanid: 70% (nur Boden Neuhofen neu)<br>DMST: 76% bei Zusätzen von 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Tolyfluanid und DMST können auch mit der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S19 unter Verwendung von ECD, PND oder MS bestimmt werden. Die Wiederfindungsraten lagen bei Zusätzen von 0,02 – 0,4 mg/kg zwischen 71% und 111% (Tolyfluanid: 91%, v = 15%, n = 8; DMST: 85%, v = 15, n = 3) (R. Brennecke, Doc No. MR-396/98, April 1998). |

---

**Triadimefon**Methoden-Nr. 0425-B01

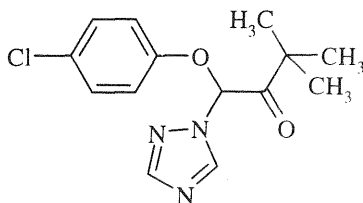
---

CAS-Nr. 43121-43-3

 $C_{14}H_{16}ClN_3O_2$ 

M = 293,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 64 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | R. Brennecke   |
| <b>Zitat</b>                         | Triadimefon, Triadimenol, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 425-(605), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1987, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Pflanzenschutzzentrum Monheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triadimefon  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2 und 2.3, NL-Polderboden)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen (4 h) mit Methanol/Wasser (7:3 v/v), Filtration   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, wäßrige Phase mit Dichlormethan wiederholt extrahieren, Reinigung durch Gelchromatographie   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triadimefon  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 1,5% SP-2250 + 1,95% SP-2401 auf Supelcoport bzw. 3,8% SE-30 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 98% (n = 12) bei Zusätzen von 0,04 und 0,4 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Bei Anwendung von Triadimefon kann im Boden durch Reduktion Triadimenol als Rückstand auftreten. Die Methode erlaubt die Erfassung von Triadimenol (s. Methoden-Nr. 0605-B01).   |

**Triadimefon**

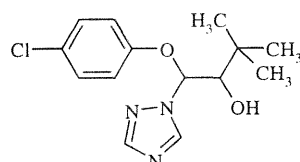
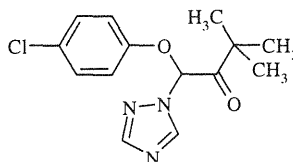
Methoden-Nr. 0425-B02

CAS-Nr. 43121-43-3

C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>2</sub>

M = 293,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 64 mg/l



KWG 0519

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | J. S. Thornton, C. M. Lloyd  |
| <b>Zitat</b>                         | A Gas Chromatographic Method for BAYLETON™ and KWG 0519 in Soil and Water, Report No. 51231 (31. Januar 1977)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Mobay Agricultural Chemicals Division, Kansas City, Mis., USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triadimefon, Triadimenol (Metabolit KWG 0519)  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (sandiger toniger Lehm, landwirtschaftlicher Sand, schluffiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Mit Methanol/Wasser (7:3 v/v) unter Rückfluß kochen (4 h)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, 3x mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen, Rückstand in Dichlormethan aufnehmen, Flüssig-flüssig-Verteilung mit Wasser, Reinigung der organischen Phase an Florisil-Säule unter Verwendung von Hexan/Ethylacetat (60:40 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triadimefon, Triadimenol   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 10% DC-200 + 1,5% QF-1 auf Chromosorb W-HP bzw. 5% OV-210 auf Chromosorb W-HP  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Triadimefon: 92% (v = 7%, n = 15)<br>Triadimenol: 91% (v = 10%, n = 15) bei Zusätzen von 0,05 – 1,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg   |



## Triadimenol

Methoden-Nr. 0605-B01

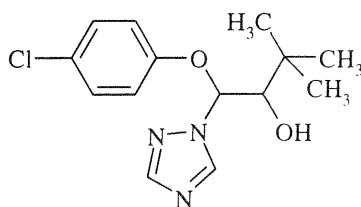
2 Diastereomere (Threo und Erythro)

CAS-Nr. 55219-65-3

$C_{14}H_{18}ClN_3O_2$

M = 295,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 62 mg/l (Threo),  
3,28 mg/l (Erythro)



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | R. Brennecke   |
| <b>Zitat</b>                         | Triadimefon, Triadimenol, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 425-(605), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 9. Lieferung 1987, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Pflanzenschutzzentrum Monheim  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triadimenol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.2 und 2.3, NL-Polderboden)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen (4 h) mit Methanol/Wasser (7:3 v/v), Filtration   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat einengen, wäßrige Phase mit Dichlormethan wiederholt extrahieren, Reinigung durch Gelchromatographie   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triadimenol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glassäule 1,5% SP-2250 + 1,95% SP-2401 auf Supelcoport bzw. 3,8% SE-30 auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,08 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 102% (n = 12) bei Zusätzen von 0,08 und 0,8 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Methode erlaubt die Erfassung von Triadimefon (s. Methoden-Nr. 0425-B01).  |

---

**Triallat**Methoden-Nr. 0135-B01

---

Triallat

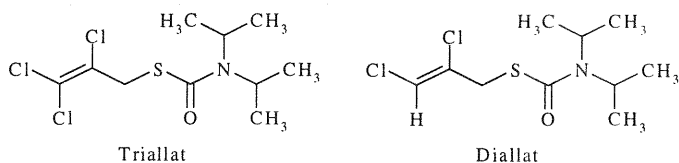
CAS-Nr. 2303-17-5

 $C_{10}H_{16}Cl_3NOS$ 

M = 304,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 4 mg/l

---



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | N. Drescher  |
| <b>Zitat</b>                         | Triallat, Diallat, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 135-(34), in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 4. Lieferung 1976, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF AG, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triallat, Diallat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wasserdampfdestillation mit gleichzeitiger Extraktion der Wirkstoffe (1 h) aus der Dampfphase mit Isooctan in einer Bleidner-Apparatur   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Einengen des Extraktes, Aufnahme des Rückstandes in Methanol, ohne weitere Reinigung zur GC  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triallat, Diallat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (394 nm), Glassäule 3% OV-17 auf Gaschrom Q   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 91 – 108% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Nachweisgrenze wird mit 0,01 mg/kg angegeben. Wegen der niedrigen Kochpunkte der Wirkstoffe soll beim Einengen der Extrakte eine Badtemperatur von 30 °C nicht überschritten werden.                        |

---

**Triallat**

---

Methoden-Nr. 0135-B02

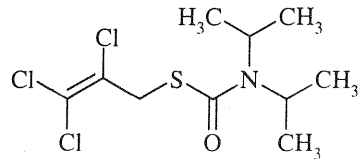
---

CAS-Nr. 2303-17-5

 $C_{10}H_{16}Cl_3NOS$ 

M = 304,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 4 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Monsanto  |
| <b>Autor</b>                         | A. J. Klein, R. Lauer, L. M. Horner, J. E. Cowell   |
| <b>Zitat</b>                         | Dissipation of Triallate and the Major Metabolite of Triallate from Field Treated Soils after Treatment with Far-Go® EC or Avadex® BW Herbicides (Mai 1985) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Monsanto Company  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triallat  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (0,5 h) mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Überführung in Hexan, säulenchromatographische Reinigung auf Aluminiumoxid/Florisil (2:1 v/v) unter Verwendung von 2% Ethylacetat in Hexan als Eluent       |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triallat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 3,8% Silikongummi UCW-98 auf Diatoport S  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 96% (v = 8%, n = 68) bei Zusätzen von 0,05 – 10 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Es wird auch eine Methode zur quantitativen Bestimmung des Metaboliten 2,3,3-Trichlor-2-propensulfonsäure (TCPSA) mittels HPLC beschrieben.                 |

---

**Triallat**

---

Methoden-Nr. 0135-B03

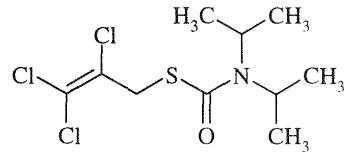
---

CAS-Nr. 2303-17-5

 $C_{10}H_{16}Cl_3NOS$ 

M = 304,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 4 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Monsanto   |
| <b>Autor</b>                         | Anonym   |
| <b>Zitat</b>                         | Triallat und Hauptmetabolit 2,3,3-Trichlorprop-2-en-sulfonsäure Natriumsalz (TCPSA), Gaschromatographische Messung, TRI02/b  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Monsanto Company   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triallat, 2,3,3-Trichlorprop-2-ensulfonsäure Natriumsalz (TCPSA)   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit 40% Wasser/Acetonitril   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Triallat: Zugabe von Natriumsulfatlösung und Ausschütteln mit Isooctan, säulenchromatographische Reinigung auf Florisil unter Verwendung von Isooctan als Eluent,<br>TCPSA: wäßrige Phase nach dem Ausschütteln mit Isooctan (s.o.) mit Tetrabutylammoniumhydrogensulfat versetzen und mit Dichlormethan extrahieren, Reinigung über Kationenaustauscher AG50WX8, Veresterung mit Triethylorthoformiatlösung, Reinigung über Florisilsäule |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triallat, TCPSA-Ethylester   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Splitless-Injektion, Trennsäule für Triallat Quarzkapillare CP-SIL-19-CB, für TCSPA-Ester Wide-Bore-Kapillare (0,75 mm) J & W SPB1   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Triallat: 99% (98 – 100%),<br>TCPSA: 85% (76 – 91%) bei Zusätzen von 0,01 – 1,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | 5 µg/kg  |

---

**Triasulfuron**

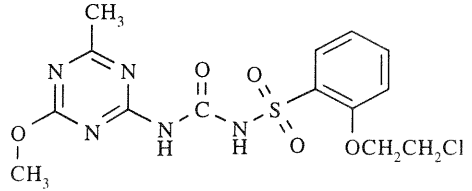
---

Methoden-Nr. 0802-B01

CAS-Nr. 82097-50-5

 $C_{14}H_{16}ClN_5O_5S$ 

M = 401,8 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 1,5 g/l (pH 7),  
40 mg/l (pH 5)

---

|   |   |
|---|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                         | Novartis  |
| <b>Autor</b>                                | M. L. Edmonds   |
| <b>Zitat</b>                                | Analytical Method for the Determination of CGA-131036 in Soil by Column Switching High Performance Liquid Chromatography, Method No. AG-509 (13. Februar 1987)  |
| <b>Prüflabor</b>                            | Ciba-Geigy Corporation, Biochemistry Department, Greensboro, N.C., USA  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                         | Triasulfuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>                    | Boden (sandiger Lehm, schluffiger Lehm)   |
| <b>Extraktion</b>                           | Schütteln (2 h) mit Methanol/Carbonatpuffer pH 9 (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b>        | Verteilung in wäßriger Phase pH 4 und Dichlormethan, Aufnahme in Acetonitril/Wasser (25:75 v/v)   |
| <b>Endbestimmung als Bestimmungsprinzip</b> | Triasulfuron<br>HPLC-UVD (232 nm), Säulenschaltung, Säule 1: Lichrosorb-CN, Säule 2: Zorbax-ODS, mobile Phase 1: 0,5% Tetrabutylammoniumbromid in Acetonitril/0,001 M Phosphorsäure (25:75 v/v), mobile Phase 2: 0,5% Tetrabutylammoniumbromid in Acetonitril/Phosphatpuffer pH 7 (30:70 v/v) |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>                    | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>                  | 88% (v = 10%, n = 66) bei Zusätzen von 0,01 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                           | < 0,01 mg/kg  |

**Triazophos**

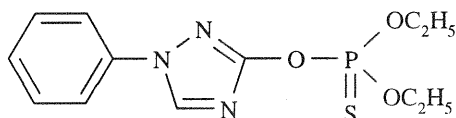
Methoden-Nr. 0401-B01

CAS-Nr. 24017-47-8

$C_{12}H_{16}N_3O_3PS$

M = 313,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 39 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | AgrEvo   |
| <b>Autor</b>                         | S. Gorbach, W. Thier   |
| <b>Zitat</b>                         | Analysenmethode zur Bestimmung von Triazophos in Böden, A01342 (3. Dezember 1973)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Hoechst AG, Analytisches Laboratorium, Frankfurt/Main  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triazophos   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Extraktion im Soxhlet (8 h) mit Chloroform/Methanol (1:1 v/v)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extrakt mit NaCl versetzen und mehrfach mit Dichlormethan ausschütteln, organische Phase zur Trockne eindampfen, Rückstand mit Toluol aufnehmen  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triazophos   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-FPD (524 nm), Glassäule 3% OV-1 auf Chromosorb W-AW-DMCS  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90 – 100% bei Zusätzen von 0,1 – 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Veröffentlicht (mit zusätzlicher Aufreinigung durch Gelchromatographie) als: Triazophos, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 401, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 6. Lieferung 1982, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim. Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,01 mg/kg angegeben. |

---

**Triazoxid**

---

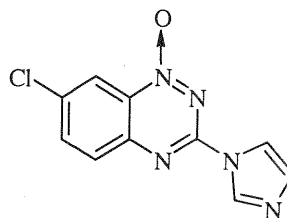
Methoden-Nr. 0676-B01

CAS-Nr. 72459-58-6

 $C_{10}H_6ClN_5O$ 

M = 247,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 34 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | R. Brennecke   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur Bestimmung von SAS 9244-Rückständen in Boden und Wasser durch Hochdruckflüssigchromatographie, RA-662/253B (24. Juli 1984)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Sparte Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triazoxid  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden (Speyer 2.1, 2.2, 2.3)   |
| <b>Extraktion</b>                    | Aceton/Wasser (4:1 v/v) im Starmix   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte mit NaCl versetzen und mehrfach mit Dichlormethan ausschütteln, Extrakt zur Trockne eindampfen, Rückstand mit Cyclohexan/Essigsäureethylester (1:1 v/v) aufnehmen, Reinigung mittels Gelchromatographie an Bio Beads S-X 3 mit Elutionsgemisch Cyclohexan/Essigsäureethylester (1:1 v/v), Elutionsbereich 160 – 200 ml |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triazoxid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UV-D (262 nm), stationäre Phase: LiChrosorb RP 18, mobile Phase: Acetonitril/Puffer pH 8 (40:60 v/v)  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 84% (v = 6%, n = 26) bei Zusätzen von 0,04 und 1,0 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Zur Vermeidung von Verlusten sollen die Aufbewahrung von Triazoxid und die Durchführung der Analysen unter Lichtausschluß erfolgen.  |

---

**Tribenuron**Methoden-Nr. 0800-B01

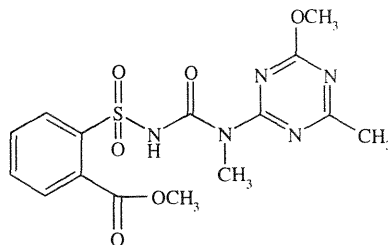
---

Tribenuron-methyl

CAS-Nr. 101200-48-0

 $C_{15}H_{17}N_5O_6S$ 

M = 395,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 49 mg/l (pH 5),  
2,05 g/l (pH 7),  
18,3 g/l (pH 9)

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | R. A. Guinivan, P. J. Desmond  |
| <b>Zitat</b>                         | Analysis of DPX-L5300 in Soil by High Performance Liquid Chromatography, Du Pont Report No. AMR 1003-87 (2. Dezember 1987)                                     |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc., Agricultural Products Department, Research and Development Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tribenuron-methyl  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln mit Acetonitril/Ammoniumcarbonatpuffer (1:1)  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung Wasser/Dichlormethan, Gelpermeationschromatographie unter Verwendung von Bio Beads SX-3 und Hexan/Ethylacetat (1:1) als Eluent                      |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tribenuron-methyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC, Photoleitfähigkeitsdetektor, stationäre Phase: $\mu$ Porasil, mobile Phase: Hexan/2-Propanol/Methanol mit Essigsäurezusatz (80:10:10 v/v/v)              |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,5 $\mu$ g/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% ( $v = 14\%$ , $n = 10$ ) bei Zusätzen von 0,0005 – 0,05 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Bodenproben sollen nicht getrocknet und bis zur Analyse im gefrorenen Zustand aufbewahrt werden.   |



---

**Tribenuron**Methoden-Nr. 0800-B02

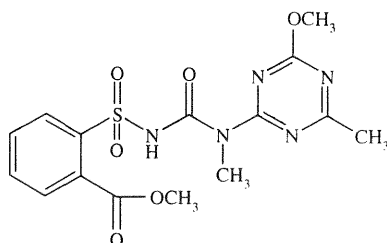
---

Tribenuron-methylester

CAS-Nr. 101200-48-0

 $C_{15}H_{17}N_5O_6S$ 

M = 395,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 49 mg/l (pH 5),  
2,05 g/l (pH 7),  
18,3 g/l (pH 9)

---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont  |
| <b>Autor</b>                         | C. R. Powley, P. A. deBernard, L. J. Mulcahey   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Determination of Thifensulfuron methyl, Metsulfuron methyl, Chlorsulfuron, Tribenuron methyl and DPX-KE459 in Soil, AMR 2480-92 (3. Oktober 1995) |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, DuPont Agricultural Products, Global Technology Division, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                             |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tribenuron-methylester  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | 100 mM Ammoniumcarbonat-Lösung, Mixen   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE an C-18- und Kieselgel-Kartusche, jeweils Elution mit Ethylacetat versetzt mit 0,1% Eisessig (v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tribenuron-methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (245 nm), stationäre Phase: SB-Phenyl, Gradient: Acetonitril/Phosphatpuffer pH 2,7/pH 6,2  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 1 µg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 85% (v = 13%, n = 15) bei Zusätzen von 1 – 5 µg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 22% der Bestimmungsgrenze   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Auch zur Bestimmung weiterer Sulfonylharnstoffe verwendbar  |

---

**Trichlorfon**Methoden-Nr. 0112-B01

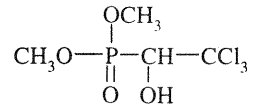
---

CAS-Nr. 52-68-2

 $C_4H_8O_4Cl_3P$ 

M = 257,44 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 120 g/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Autor</b>                         | G. Dräger   |
| <b>Zitat</b>                         | Trichlorfon, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 112, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 2. Lieferung 1972, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer, Pflanzenschutz ATEA, Biologische Forschung, Leverkusen   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trichlorfon   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Homogenisieren mit Chloroform   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Trichlorfon wird im Einspritzblock des Gaschromatographen thermisch in Trichloracetaldehyd und Dimethylphosphit gespalten.  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trichloracetaldehyd (ECD), Dimethylphosphit (PND)   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, 20% XF-1150 auf Chromosorb W oder GC-PND, 16% XF-1150 auf Chromosorb W  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,1 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90 – 103% bei Zusätzen von 0,1 mg/kg (PND)  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,1 mg/kg   |

---

**Triclopyr**

---

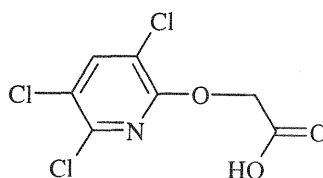
Methoden-Nr. 0525-B01

CAS-Nr. 55335-06-3

 $C_7H_4Cl_3NO_3$ 

M = 256,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 8,1 g/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences   |
| <b>Autor</b>                         | R. L. McKellar   |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Triclopyr ([[(3,5,6-Trichloro-2-pyridinyl)-oxy]-acetic acid); 3,5,6-Trichloro-2-pyridinol and 2-Methoxy-3,5,6-trichloropyridine in Soil by Gas Chromatography, ACR 77.5 (11. März 1977) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Dow Chemical, Midland, Michigan, USA   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triclopyr  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Methanolische Natronlauge  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Ausschütteln mit Benzol, SPE an Aluminiumoxid, Elution mit 1% Natronlauge, nach Ansäuern Ausschütteln mit Benzol, Methylierung mit Bortrifluorid/Methanol, Ausschütteln mit Benzol, SPE an Aluminiumoxid |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triclopyr-methylester  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Säule: 3% OV-1   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 78% (v = 12%, n = 25) bei Zusätzen von 0,01 – 5,0 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angabe   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Metaboliten können nach zusätzlichen Reinigungsschritten bestimmt werden.  |

**Tridemorph**

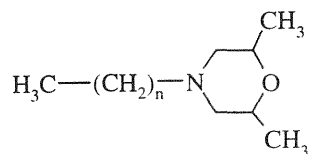
Methoden-Nr. 0350-B01

CAS-Nr. 81412-43-3

C<sub>19</sub>H<sub>39</sub>NO (n = 12)

M = 297,5 g/mol (n = 12)

Wasserlöslichkeit (25 °C): 1,1 mg/l



n = 10, 11, 12 (60-70%), 13

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BASF   |
| <b>Autor</b>                         | P. Beutel  |
| <b>Zitat</b>                         | Calixin; Photometrische Bestimmung (Teil I), GC-MS-Bestimmung (Teil II); Bananen (Fleisch, Schalen, Blätter); Methode Nr. 209 (April 1983)   |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF, Landwirtschaftliche Versuchsanstalt Limburgerhof   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Tridemorph   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Bleidner-Apparatur mit Chloroform  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Farbsalzbildung durch Schütteln mit wäßriger Methylorange-Lösung (Puffer pH 2,8); Spaltung des Farbsalzes durch Schütteln mit 2 M HCl  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Tridemorph   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-MSD (m/z 128), 3% Dextsil auf Gas-Chrom Q   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 88% (v = 6%)   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die Methode zur Bestimmung von Tridemorph in Bananen wurde für Bodenproben adaptiert. Vollständige Validierungsdaten sind nicht angegeben. Die wäßrige Phase nach der Farbsalbspaltung enthält eine äquivalente Menge Methylorange und wird zur photometrischen Bestimmung (510 nm) verwendet. |

---

**Triflumuron**Methoden-Nr. 0835-B01

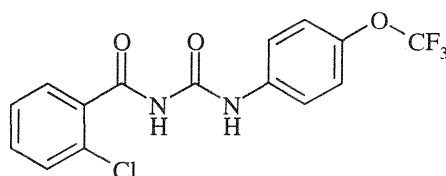
---

CAS-Nr. 64628-44-0

 $C_{15}H_{10}ClF_3N_2O_3$ 

M = 358,7 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 0,025 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Bayer  |
| <b>Autor</b>                         | G. Bachlechner   |
| <b>Zitat</b>                         | Methode zur gaschromatographischen Bestimmung des Insektizids Triflumuron in Boden, RA-344/88 (16. März 1988)                                  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Bayer AG, Geschäftsbereich Pflanzenschutz, Institut für Produktinformation und Rückstandsanalytik, Leverkusen                                  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triflumuron  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Wiederholtes Schütteln (1 h) mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Wasser/Dichlormethan, chromatographische Reinigung unter Verwendung einer Kieselgelsäule und Toluol/Aceton (95:5 v/v) als Eluent |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triflumuron  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Glaskapillare SE-54, Split 1:3   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 73% (v = 11%, n = 8) bei Zusätzen von 0,01 – 0,25 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Trifluralin**Methoden-Nr. 0321-B01

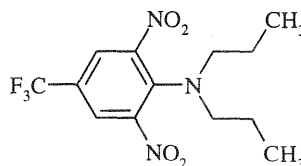
---

CAS-Nr. 1582-09-8

 $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$ 

M = 335,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Dow AgroSciences  |
| <b>Autor</b>                         | D. W. Yordy, O. D. Decker, S. S. Dixon  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of Trifluralin in Soil by Solid Phase Extraction, AAC8804 (1. Mai 1987)                                       |
| <b>Prüflabor</b>                     | Agricultural Analytical Chemistry, Lilly Research Laboratories, Division of Eli Lilly and Company, Greenfield, Indiana, USA |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trifluralin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Acetonitril/Wasser (99:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | SPE auf C18 unter Verwendung von Toluol als Eluent  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trifluralin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 5% Carbowax 20M auf Chromosorb W-HP   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,02 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 105% (v = 4%, n = 12) bei Zusätzen von 0,022 und 2,2 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben   |

---

**Trifluralin**Methoden-Nr. 0321-B02

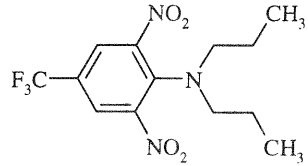
---

CAS-Nr. 1582-09-8

 $C_{13}H_{16}F_3N_3O_4$ 

M = 335,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 0,2 mg/l



---

|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Trifluralin, Tefluthrin, Kresoxim-methyl, Clodinafop-propargyl, Cloquintocet-mexyl, Bromuconazol, Fenpiclonil, Cyfluthrin, Azoxystrobin in Boden, Arbeitsbericht FC1198-3 (29. Mai 1998) |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trifluralin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trifluralin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Kapillarsäule HP 1701   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,05 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 86% (v = 5%, n = 10) bei Zusätzen von 0,05 und 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 3 µg/kg   |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995).               |

---

**Triflusulfuron**Methoden-Nr. 0882-B01

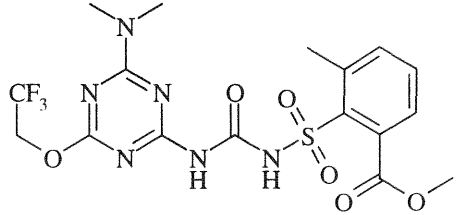
---

Triflusulfuron-methyl

CAS-Nr. 126535-15-7

 $C_{17}H_{19}F_3N_6O_6S$ 

M = 492,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 2,7 mg/l (pH 5),  
110 mg/l (pH 7),  
11 g/l (pH 9)

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | DuPont   |
| <b>Autor</b>                         | K. H. Milby, J. M. Brisbin, O. R. Hunt   |
| <b>Zitat</b>                         | Analytical Method for the Quantitation of DPX-66037 in Soil, DuPont Report No. AMR 1965-91 (5. Dezember 1991)                          |
| <b>Prüflabor</b>                     | E. I. du Pont de Nemours and Company, Du Pont Agricultural Products, Experimental Station, Wilmington, Delaware, USA                   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triflusulfuron-methyl  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln (10 Min.) mit Acetonitril/Ammoniumkarbonat (3:1)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Extraktion der auf pH 7,5 eingestellten Lösung mit Dichlormethan   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triflusulfuron-methyl  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (232 nm), Säulenschaltung, stationäre Phasen: 1. Zorbax-Phenyl, 2. Zorbax-Rx-C18, mobile Phase: Kaliumphosphatpuffer/Methanol |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 5 µg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 94% (v = 7%, n = 7) bei Zusätzen von 0,005 – 0,05 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 2 µg/kg  |



---

**Triforin**

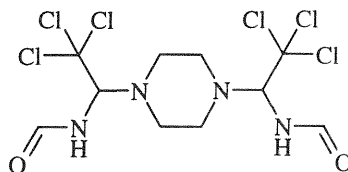
---

Methoden-Nr. 0338-B01

CAS-Nr. 26644-46-2

 $C_{10}H_{14}Cl_6N_4O_2$ 

M = 434,9 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 9 mg/l (pH 7),  
11,3 mg/l (pH 5)

---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | D. Eichler   |
| <b>Zitat</b>                         | Triforin, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 338, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 5. Lieferung 1979, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Celamerck GmbH & Co. KG., Chemische Pflanzenschutzforschung, Ingelheim   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triforin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mehrfache Extraktion mit Aceton  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Vereinigte Extrakte filtrieren und Filtrat mit Wasser versetzen, Aceton im Rotationsverdampfer abdestillieren, mehrfache Extraktion der wäßrigen Phase mit Toluol, Toluol im Rotationsverdampfer abdestillieren, Rückstand mit Schwefelsäure versetzen und entstandenes Chloralhydrat im N <sub>2</sub> -Strom abdestillieren, Destillat nach Zusatz von NaCl mit Ameisensäureethylester extrahieren |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Chloralhydrat  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 5% SE-30 auf Gas-Chrom Q   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 70 – 85% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices, Boden und Wasser   |
| <b>Blindwerte</b>                    | ≤ 5 µg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit 0,005 – 0,01 mg/kg angegeben. Die gaschromatographische Bestimmung von Chloralhydrat sollte am selben Tage erfolgen, an dem auch die Spaltungsreaktion durchgeführt wurde. Polare Abbauprodukte des Triforins bleiben bei der beschriebenen Methode unberücksichtigt.  |

---

**Trinexapac**Methoden-Nr. 0893-B01

---

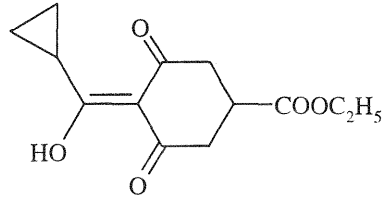
Trinexapac-ethyl

CAS-Nr. 95266-40-3

 $C_{13}H_{16}O_5$ 

M = 252,3 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 10,2 g/l (pH 5,5)



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | Ciba-Geigy   |
| <b>Autor</b>                         | K. Forrer, P. Girardot   |
| <b>Zitat</b>                         | CGA 163935, Liquid Chromatographic Determinations of Residues of Parent Compound, REM 137.04 (14. Mai 1991)  |
| <b>Prüflabor</b>                     | Ciba-Geigy Ltd., Agricultural Division, Basel, Schweiz   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Trinexapac-ethyl   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Kochen unter Rückfluß (1 h) mit Mischung Methanol/wäßriger Phosphatpuffer pH 7 (3:7 v/v)   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Nach Ansäuern mit wäßriger Phosphorsäure Verteilung auf einer inerten Kieselsäurekartusche unter Verwendung von Dichlormethan oder einer Mischung von Ethylacetat/MTBE (25:75 v/v) |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Trinexapac-ethyl   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-UVD (280 nm), Säulenschaltung unter Verwendung von drei Säulen: 1. poröses Polymer PRPI, 2. Inertsil 5, 3. Inertsil C18   |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,04 mg/kg   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 90% (v = 7%, n = 19) bei Zusätzen von 0,04 – 0,2 mg/kg   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Im Kontrollchromatogramm nicht aufgetreten   |

---

**Triticonazol**Methoden-Nr. 0936-B01

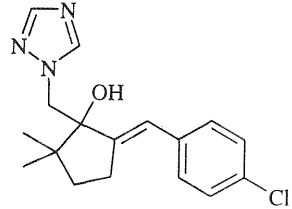
---

CAS-Nr. 131983-72-7

 $C_{17}H_{20}ClN_3O$ 

M = 317,82 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 9,3 mg/l



|                                      |   |
|--------------------------------------|---|
| <b>Bezugsquelle</b>                  | BBA   |
| <b>Autor</b>                         | N. Demirbas, J. Siebers   |
| <b>Zitat</b>                         | Untersuchungen zur Anwendbarkeit der Multimethode S-19 online für die Wirkstoffe Quinoclammin, Diniconazol, Tebufenozid, Dimethenamid, Flurtamone, Triticonazol, Tetraconazol und Metconazol in Tomaten und Boden, Arbeitsbericht FC1097-5 (6. Mai 1998)    |
| <b>Prüflabor</b>                     | Biologische Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft, Fachgruppe Chemische Mittelprüfung, Braunschweig   |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Triticonazol  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden   |
| <b>Extraktion</b>                    | Schütteln mit Aceton/Wasser (2:1 v/v) und anschließend  |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Verteilung in Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v), Gelpermeationschromatographie an Bio Beads SX 3 (200 – 400 mesh), Elution mit Ethylacetat/Cyclohexan (1:1 v/v)  |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Triticonazol  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-PND, Kapillarsäule DB-1  |
| <b>Bestimmungsgrenze</b>             | 0,01 mg/kg  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 95% (v = 9%, n = 10) bei Zusätzen von 0,01 bis 0,5 mg/kg  |
| <b>Blindwerte</b>                    | < 0,01 mg/kg  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Im zitierten Arbeitsbericht wurde die Anwendung der neuen, dichlormethanfreien Version der Multimethode S 19 geprüft. Die Methodenbeschreibung ist veröffentlicht von W. Specht, S. Pelz und W. Gilsbach, Fres. J. Anal. Chem. <b>353</b> , 183-190 (1995). |

---

**Vinclozolin**

---

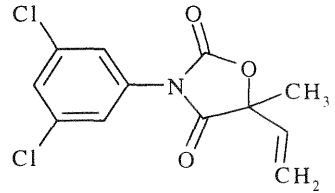
Methoden-Nr. 0412-B01

CAS-Nr. 50471-44-8

 $C_{12}H_9Cl_2NO_3$ 

M = 286,1 g/mol

Wasserlöslichkeit (20 °C): 3,4 mg/l



|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | S. Otto, P. Beutel   |
| <b>Zitat</b>                         | Vinclozolin, Gaschromatographische Bestimmung, Methode 412, in: Deutsche Forschungsgemeinschaft (Hrsg.), Rückstandsanalytik von Pflanzenschutzmitteln, 6. Lieferung 1982, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim  |
| <b>Prüflabor</b>                     | BASF, Landwirtschaftliche Versuchsstation, Limburgerhof  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Vinclozolin  |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Mazerieren mit Essigsäure und Aceton   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Filtrat nach Zugabe von Schwefelsäure im Rotationsverdampfer einengen, Wasserdampfdestillation, Destillat mit Dichlormethan extrahieren, Extrakt umsetzen mit Chloracetylchloridlösung, zur Trockne eindampfen und Rückstand in Essigsäureethylester aufnehmen |
| <b>Endbestimmung als</b>             | N-3,5-Dichlorphenyl-chloracetamid  |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | GC-ECD, Glassäule 3% Dexsil 300 auf Chromosorb G   |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | 75% bei Zusätzen zu verschiedenen pflanzlichen Matrices und Boden  |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Die untere Grenze des praktischen Arbeitsbereiches wird mit etwa 0,05 mg/kg angegeben. Die Methode erfaßt neben Vinclozolin alle Metaboliten, die die 3,5-Dichloranilin-Gruppierung enthalten.   |

---

**Warfarin**

---

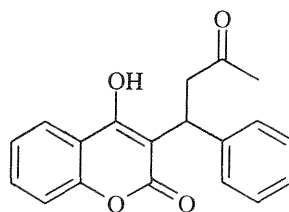
Methoden-Nr. 0114-B01

CAS-Nr. 81-81-2

 $C_{19}H_{16}O_4$ 

M = 308,4 g/mol

Wasserlöslichkeit (25 °C): 17 mg/l



---

|                                      |  |
|--------------------------------------|--|
| <b>Autor</b>                         | A. Medvedovici, F. David, P. Sandra  |
| <b>Zitat</b>                         | Determination of the rodenticides warfarin, diphenadione and chlorophacinone in soil samples by HPLC-DAD, <i>Talanta</i> <b>44</b> (1997), 1633-1640                   |
| <b>Prüflabor</b>                     | Department of Organic Chemistry, University of Gent  |
| <b>Prüfsubstanz</b>                  | Warfarin   |
| <b>Probenmaterialien</b>             | Boden  |
| <b>Extraktion</b>                    | Soxhlet mit Methanol   |
| <b>Reinigung und Derivatisierung</b> | Cyanopropyl SPE-Kartusche, Waschen mit Wasser/Acetonitril (9:1 v/v mit 1% Phosphorsäure), Elution mit Aceton   |
| <b>Endbestimmung als</b>             | Warfarin   |
| <b>Bestimmungsprinzip</b>            | HPLC-DAD (310 nm), Hypersil ODS 5 mm, Gradientenelution Wasser/Acetonitril (jeweils mit 0,5% Phosphorsäure)  |
| <b>Wiederfindungsraten</b>           | Nicht angegeben, Wiederholbarkeit: $v = 1,2\%$ , $n = 5$   |
| <b>Blindwerte</b>                    | Keine Angaben  |
| <b>Bemerkungen</b>                   | Vollständige Validierungsdaten sind nicht beschrieben. Für den Extraktionsschritt werden Wiederfindungsraten von 55 – 58% (1, 2 bzw. 16 h Extraktionsdauer) angegeben. |

### 100 Jahre Pflanzenschutzforschung

- Heft 349, 1998: 100 Jahre Pflanzenschutzforschung. Aktuelle Forschungsschwerpunkte im Forst- und Rebschutz. Zusammengestellt von Prof. Dr. Alfred Wulf. 117 S., 21 Abb., 3 Tab., DM 33,--
- Heft 350, 1998: 100 Jahre Pflanzenschutzforschung. Geschichte der Institute und Dienststellen der Biologischen Bundesanstalt. Teil III. Zusammengestellt von Prof. Dr. Wolfrudolf Laux. 99 S., 20 Abb., 1 Tab., DM 29,--
- Heft 351, 1998: 100 Jahre Pflanzenschutzforschung. Verschiedene Themen. Zusammengestellt von Dr. Hans Becker. 62 S., 5 Abb., 1 Tab., DM 19,--
- Heft 352, 1998: Die Biologische Reichsanstalt für Land- und Forstwirtschaft und die Entstehungsgeschichte eines reichseinheitlichen „Pflanzenschutzgesetzes“ (1914 bis 1937). Von Dr. phil. habil. Ulrich Sucker. DM 41,--
- Heft 353, 1998: Chronik zum 100-jährigen Jubiläum der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft. Ergänzt und fortgeführt von Prof. Dr. Wolfrudolf Laux. 106 S., 146 Abb., 1 Tab., DM 28,--

- Heft 354, 1998: Datenanforderungen und Entscheidungskriterien der Europäischen Union und der Bundesrepublik Deutschland im Zulassungsverfahren für Pflanzenschutzmittel. 156 S. DM 37,--
- Heft 355, 1998: Analytik von Pflanzenschutzmitteln in Luft. Kurzfassungen von Methoden. Bearbeitet von Dr. W. Rödel und Dr. J. Siebers. 229 S., DM 53,--
- Heft 356, 1998: Egg Parasitoids. 5<sup>th</sup> International Symposium. International Organisation for Biological Control. Cali, Colombia, Marsh 1998. Edited by Dr. S. A. Hassan. 197 S., 42 Abb., 60 Tab. DM 49,--
- Heft 357, 1998: 51. Deutsche Pflanzenschutztagung in Halle/Saale, 5.-8. Oktober 1998. Bearb. von Prof. Dr. Wolfrudolf Laux. 464 S., 51 Abb., 47 Tab., DM 64,--
- Heft 358, 1998: Data requirements and criteria for decision-making in the European Union and the Federal Republic of Germany for the authorization procedure of plant protection products. 158 S., DM 37,--
- Heft 359, 1998: Studien zum Befall des Weizens mit *Gaeumannomyces graminis* (Sacc.) von Arx et Oliver var. *tritici* Walker unter Berücksichtigung der Sorten- und Artenanfälligkeit sowie der Bekämpfung des Erregers. Von Dr. Horst Mielke. 140 S., 61 Tab., DM 30,--
- Heft 360, 1999: Über die Eignung verschiedener physikalisch-technischer Verfahren zur phytosanitären Behandlung und zur Lagerung von Forstsaatgut unter besonderer Berücksichtigung der Stiel- und Traubeneiche. Von Dipl.-Forstw. Thomas Schröder. 241 S., 50 Abb., 65 Tab., 6 Tafeln, DM 44,--
- Heft 361, 1999: 100 Jahre Pflanzenschutzforschung. Festveranstaltung zum 100-jährigen Jubiläum der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft am 08. Juni 1998 in Berlin. Zusammengestellt von Prof. Dr. Fred Klingauf. 60 S., 1 Abb., DM 19,50
- Heft 362, 1999: Forstschutzprobleme in Nationalparks und Naturschutzgebieten. Forest Protection Problems in National Parks and Nature Reserves. Symposium am 12. und 13. Mai 1998 in Braunschweig. Bearbeitet von Prof. Dr. Alfred Wulf und Dipl.-Forstwirt Karl-Heinz Berendes. 154 S., 53 Abb., 24 Tab., DM 39,--
- Heft 363, 1999: Arbuskuläre Mykorrhiza in der Pflanzenproduktion: Praxisbeispiele und Perspektiven. Arbuscular Mycorrhiza in Plant Production: Examples and Perspectives for Practical Application. Bearbeitet von Dr. Georg F. Backhaus und Dr. Falko Feldmann. 106 S., 25 Abb., 22 Tab., DM
- Heft 364, 1999: Analytik von Pflanzenschutzmitteln im Boden. Kurzfassungen von Methoden. Analysis of pesticides in soil. Abstracts of methods. Bearbeitet von Dr. Wolfgang Rödel, Ralf Fischer, Dr. Ralf Hänel und Dr. Johannes Siebers. 347 S., DM

Die „Bibliographie der Pflanzenschutzliteratur“ ist die gedruckte Version der Datenbank PHYTOMED. Zuletzt erschien Neue Folge Band 31, Heft 4, 1996, bearbeitet von Prof. Dr. W. Laux u. Mitarb.

Anschrift für Tauschsendungen:

Please address exchanges to:

Adressez échanges, s'il vous plaît:

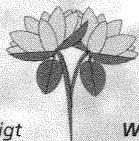
Para el canje dirigirse por favor a:

Bibliothek der Biologischen Bundesanstalt für Land- und Forstwirtschaft

Königin-Luise-Straße 19. D-14195 Berlin (Dahlem)

Postanschrift: 14191 Berlin

## Damit Ihnen nichts entgeht: erkennen + bestimmen mit Parey!



Pareys Blumenbuch berücksichtigt mehr als 2400 in Deutschland und Nordwesteuropa wildwachsende Blütenpflanzen – Kräuter, Sträucher und Bäume – und bildet von ihnen nunmehr über 1250 farbig ab. Das erfaßte Gebiet reicht vom nördlichen Eismeer bis zu den Alpen und von Island und den Britischen Inseln bis zur Linie Finnland-Oder-Bayerischer Wald. Die meisten Pflanzen werden in systematischer Ordnung nach Familien zusammengefaßt.

Über 3100 Einzeldarstellungen, davon 2950 in Farbe, für über 1200 Pflanzen! Das bedeutet, daß überall dort, wo Pflanzen nicht in Originalgröße abgebildet werden, ergänzende Abbildungen noch einmal Blüten, Früchte und Blätter in natürlicher Größe zeigen. Sämtliche Abbildungen hat Marjorie Blamey nach der Natur ausschließlich für dieses Buch gemalt und in der Neuauflage durch farbiges Abbildungen u.a. der beschriebenen

Wasserpflanzen und zusätzlicher Arten der Steinbrech- und Rosengewächse erweitert.

Neben knappen Verbreitungsangaben und Hinweisen auf den Naturschutz sowie auf Gift- und Arzneipflanzen berücksichtigt der Text die für eine rasche Bestimmung ausschlaggebenden Merkmale. Die Bestimmungshilfen nach Zahl, Form und Farbe der Blütenblätter, nach der Form der Blätter oder nach anderen Merkmalen sind durchweg farbig. Die »Allgemeine Bestimmungshilfe« ist vor allem für den Anfänger gedacht. Acht weitere spezielle Bestimmungshilfen erleichtern nach auffälligen Merkmalen das Auffinden von Arten bei größeren Familien. Weitere Vorteile bieten eine Einführung in die Welt der wildlebenden Pflanzen, Anmerkungen zur Ökologie, ein botanisches Glossar sowie ein Register deutscher und wissenschaftlicher Pflanzennamen.



**Parey  
Buchverlag  
Berlin**

Kurfürstendamm 57  
D-10707 Berlin  
Telefon (030)  
32 79 06 - 59  
Telefax (030)  
32 79 06 - 44

e-mail:  
parey@blackwis.de  
Internet: [http://](http://www.parey.de)

[www.parey.de](http://www.parey.de)

Modernes Naturwissen:  
**PAREY BUCHVERLAG**

Richard Fitter, Alastair Fitter, Marjorie Blamey

### **Pareys Blumenbuch**

Wildblühende Pflanzen Deutschlands und Nordwesteuropas

Aus dem Englischen übersetzt und bearbeitet von K. von Weihe.

2., neubearbeitete und erweiterte Auflage. 1986. 336 Seiten mit

3120 Einzeldarst., davon 2950 farbig. 11,5 x 19 cm. Broschiert.

DM 32,- / öS 234,- / sFr 29,50 ISBN 3-8263-8181-5

Preisstand: 1.7.1999

