
MŰSZAKI FEJLESZTÉS — GYAKORLATI KÖZLEMÉNYEK

A DDT nyomok jelenlétének, illetőleg mennyiségének közelítő meghatározása a nyers paradicsom felületén és a paradicsomlében

KEVEI JÁNOSNÉ és SÁNDOR ZOLTÁNNÉ
Konzerv-, Hús- és Hűtőipari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1958. október 31.

A legutolsó időben a burgonyabogár kártevésének megakadályozására kísérletképpen a paradicsomot is permetezték, ill. porozták DDT [1:1:1-triklór-2:2-di(p-klórfenil) etán] tartalmú növényvédőszerrel. Ennek következtében szükségesnek mutatkozott a DDT nyomok jelenlétének, illetve legalább közelítő mennyiségének meghatározása a nyers paradicsom felületén és a konzervipari feldolgozásra kerülő paradicsomlében.

Az erre a célra javasolt módszerek (1., 2., 3.) mind azon alapszanak, hogy a növényről leoldott hatóanyagot az oldószer eltávolítása után nitrálják, majd benzolba átvive alkoholos kálilúgot adnak hozzá: kék színeződés keletkezik, melynek intenzitása a keresett hatóanyag mennyiségével arányos.

A javasolt módszereket kipróbálva, azokat részint túl bonyolultnak, részint kivihetetlennek találtuk. Különösen a nitrálás adott az előírt eljárások szerint igen ingadozó eredményeket. Ezért a fenti elvek alapján — különösen korábbi nitrálási tapasztalataink (4) felhasználásával — a módszert lényegesen átalakítottuk és a nyers paradicsom, illetve a paradicsomlé DDT tartalmának meghatározására is alkalmassá tettük. Mint-hogy az eljárás élelmiszeripari üzemek laboratóriumában is alkalmazásra kerül, a hatóanyag leoldására a tűzveszélyes éter helyett széntetrakloridot javasolunk, továbbá a kialakított szín intenzitásának mérésére — az ipari üzemekben is keresztülvihető — komparátoros eljárást dolgoztunk ki.

Feladatunk nehezebbik része volt a DDT elkülönítése a paradicsom felületéről, illetve a paradicsomléből. Különösen az utóbbi esetben kellett a hatóanyag kivonását és zavaróanyagoktól (paradicsom pigment anyagok és leoldott, viaszszerű vegyületek) való elválasztását adszorbeációs oszlopon (Al_2O_3) átöntéssel úgy megoldani, hogy az így megtisztított, széntetrakloridos DDT oldatot az oldószer elpárologtatása után minden zavaró hatás nélkül nitrálhassuk.

Az általunk módosított eljárás szerint 25 gamma DDT még kimutatható és a használt 25—50—75—100 gamma színösszehasonlító oldatok segítségével a keresett hatóanyag mennyisége legfeljebb 12 gamma hibával megállapítható.

A módszer részletes leírását az alábbiakban adjuk:

A meghatározás elve: a szerves oldószerben feloldott hatóanyagot az oldószer elpárologtatása után nitráljuk és az így kapott tetranitrozármazéket benzolos közegben alkoholos KOH-dal hozzuk össze, amikor is, a hatóanyag mennyiségével arányos intenzitású kék színeződés keletkezik.

Vegyszerek:

1. Széntetraklorid p. a.
2. Benzol p. a.
3. Al_2O_3 anhidr. purum
4. Nitráló keverék (10 g KNO_3 100 ml cc H_2SO_4 p. a.-ban feloldva)
5. Na_2SO_4 p. a. sicc.
6. n/1 alkoholos KOH-oldat
7. Összehasonlító DDT alapoldat: 100 mg technikai tisztaságú DDT-t 100 ml széntetrakloridban oldunk: az oldat 1 mg/ml töménységű. Ebből az oldatból 10 ml-t 100 ml-re hígítunk ugyancsak széntetrakloriddal, az így kapott 100 γ /ml töménységű DDT oldatot használjuk fel a színösszehasonlításra.

Al_2O_3 oszlop készítése: 13 mm belső \varnothing -jú 15—20 cm hosszú üvegsövet dugó segítségével szívópalaekra helyezünk, a cső aljára kevés vattát teszünk, majd erre 10 g Al_2O_3 -ot töltünk, vízszivattyúval gyengén megszívjuk, fapálcával ledöngöljük és CCl_4 -dal az egész oszlopot átmedvesítjük.

Vizsgálat:

Színösszehasonlító oldatok készítése 25, 50, 75 és 100 γ DDT-t tartalmazó összehasonlító oldatot 50 ml-es, szélesszájú Erlenmeyer lombikba mérünk, az oldószert óvatosan elpároljuk (90—100 $^\circ\text{C}$ -os vízfürdőben) majd 10'-re 90 $^\circ\text{C}$ -os szárítószekrénybe helyezük. Ezután 3 ml nitráló keveréket adunk hozzá és 30'-ig 100 $^\circ\text{C}$ -os vízfürdőben tartjuk. Utána lehűtjük, 10 ml desztillált vizet adunk hozzá és újabb lehűtés után átöntjük az egész folyadékot 15 ml-es becsiszolt dugós kémcsőbe. Itt 3 ml benzolt adunk hozzá és 3 perces rázással a nitrált DDT-t a vizes savas közegből a benzolos rétegbe visszük. Állás után a benzolos réteget tiszta száraz kémcsőbe öntjük át (szükség esetén még egyszer megismételjük az átöntést) és 2 ml alkoholos KOH-ot adunk hozzá. 3 perc után a kialakult színt összehasonlítjuk. 25 γ DDT esetében halvány kékeszöld, 50 γ -nál szép világoskék, míg 100 γ hatóanyagnál már erős kék szín alakul ki a lúg hatására. A szín igen rövid ideig, kb. 15—20 percig marad csak meg, utána elfakul. A színösszehasonlító oldat készítését a vizsgálattal egyidejűleg kell végezni.

A paradicsomok felületén levő DDT megállapítása.

4—5 db átlagos nagyságú (összesen kb. 200—250 g) paradicsomot csipesszel egyenként átforgatunk 25 ml széntetrakloridban úgy, hogy a felületükre tapadt hatóanyagot leoldjuk. A széntetrakloridot ezután 50 ml-es szélesszájú Erlenmeyer lombikba szűrjük és óvatosan elpároljuk. Nitrálás és a szín kialakítása úgy történik, mint a színösszehasonlító oldat készítésénél. A színek előhívása után színösszehasonlítás alapján a DDT mennyisége nagyságrendileg megállapítható.

DDT kimutatása paradicsomléből:

50 ml paradicsomlevet 250 ml-es választótölcsérbe pipetázunk 50 ml vizet adunk hozzá és 30 ml széntetrakloriddal 5'-ig rázzuk. Utána 1 óra hosszat állni hagyjuk, az alsó széntetrakloridos részt CCl_4 -dal nedvesített papíron keresztül 100 ml-es szélesszájú Erlenmeyer lombikba szűrjük. A CCl_4 -os kirázást 15 ml-el megismételjük. Az egyesített szüredéket 2—3 g Na_2SO_4 sicc-mal szárítjuk és az egészet olyan Al_2O_3 oszlopra öntjük, amelyet előzőleg ugyancsak CCl_4 -dal nedvesítettünk meg. Az oszlopra szivatas nélkül ráöntjük a CCl_4 -os paradicsomkivonatot, ha lecsöpögött, 5 ml CCl_4 -dal utána mossuk és az így részben színtelenített és oldott viasz- és zsirtartalmától megfosztott CCl_4 -os oldatot 50 ml-es Erlenmeyer lombikban óvatosan

el pároljuk. Szárítás, nitrálás és színelőhívás az összehasonlító oldatnál leírt módszer szerint történik. A mennyiség nagyságrendi megállapítása a színösszehasonlító oldatok és a vizsgált oldat összehasonlítása alapján történik.

IRODALOM

- (1) *Vaskov, V. I., Kazakova, T. P., Sazonova, N. A., Suchareva, N. D.*: Gig. i. San. H. 6. 53/1951. Z. A. CH., 136. 455, 1955.
- (2) *Gunther, F. A., Blinn, R. C.*: Analysis of Insecticides and Acaricides New York—London. 412, 1955.
- (3) *Martin, J. T., Batt, R. F.*: Analyst, 340, 1958.
- (4) *Spanyár, P., Kevei, E., Kiszél, M.*: Z.L.U.F. 107, 118, 1958.

УСТАНОВЛЕНИЕ СЛЕДОВ ДДТ, И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИБЛИЗИТЕЛЬНОГО КОЛИЧЕСТВА НА ПОВЕРХНОСТИ СЫРОГО ПОМИДОРА И В ТОМАТНОМ СОКЕ

Я. Кевине и Э. Шандорне

Для установления ДДТ растворяется поверхности сырого помидора или экстрагируется из томатного сока после этого готовятся образцы содержащие ДДТ в известных количествах. Полученные образцы известного количества ДДТ а также исследуемый раствор ДДТ нитрируются при одинаковых условиях. Полученный производник — тетранитро растворяется в бензоле, смешивается со спиртовым КОН. Полученная синяя окраска пропорциональна с концентрацией ДДТ и количество ДДТ определяется сопоставлением окраски раствора с красками стандартной шкалы.

DIE BESTIMMUNG DER ANWESENHEIT, BZW. DER ANNÄHERNDEN MENGE VON DDT-SPUREN AN DER OBERFLÄCHE VON ROHTOMATEN UND IM TOMATENSAFT

Frau J. Kevei und Frau Z. Sándor

Zum Nachweis des von der Oberfläche der Rohtomaten, bzw. aus dem Tomatensaft mit einem Lösungsmittel herausgelösten DDT, nitrirt man Proben von bekanntem DDT-Gehalt unter mit der zu prüfenden Probe identischen Versuchsbedingungen. Das erhaltene Tetranitroderivat wird in einer benzolischen Lösung mit alkoholischem Kaliumhydroxid vermischt und die Menge des Wirkstoffes vermittelt der der DDT-Konzentration proportionellen blauen Färbung mit Hilfe einer Vergleichsfarbskala festgestellt.

L'ÉTABLISSEMENT DE LA PRÉSENCE, OU PLUTÔT DE LA QUANTITÉ APPROXIMATIVE, DES TRACES DE DDT SUR LA SURFACE DE LA TOMATE CRUE

Mme J. Kevei, et Mme Z. Sándor:

Des échantillons à teneur connue de DDT, prélevés de la surface des tomates crues, respectivement diluées, à l'aide d'un dissolvant, du jus de tomates, seront nitrés dans des conditions analogues à celles de l'échantillon à être analysée. Le dérivé tétranitro, dilué en une solution benzénique reçu, sera mêlé avec de l'hydrate de potassium alcoolique. A base de sa coloration bleue proportionnelle à sa teneur en DDT et en employant des gammes de couleurs comparatives, la quantité de l'agent peut être établie.