

# Diklórfenol meghatározása pálinkában

LÓRÁNT BÉLA

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1961. november 20.

Vegyészeti gyárak környékén már sokszor megtörtént, hogy a technológiai folyamatok során képződő anyagok valamelyike kijut a gyár környékére és ott károsítja a mezőgazdasági termékeket, vagy az állatvilágot. Ez fordult elő a fűzfői Nitrokémia vállalat környékén elterülő Papkeszi, Litér és Királyszentistván községekben is. A gyár diklorirt nevű anyagot állít elő, amely 2,4 diklórfenoxicetsavas nátrium. A gyártás közbeeső teméke a 2,4 diklórfenol, amelyet viszont a fenol klórozása által készítenek. Bizonyára a gyártó berendezés elégtelensége következtében diklórfenol került a levegőbe és a leszálló por belepte e három község mezőgazdasági terményeit, a gyümölcsök élvezhetetlenek lettek, a belőlük készült cefrék, sőt a pálinkák is kellemetlen mellékízűek.

Az Élelmészügyi Minisztérium az egyébként szabályosan főzött, de ízhibás pálinkákat a három község környékéről csak az Intézet előzetes vizsgálata alapján kiállított szakvéleménnyel engedte meg forgalomba hozni, ezért a Veszprém megyei pénzügyőr parancsnokság beküldött egy-egy, a három község területéről származó pálinka mintát annak megállapítása céljából, hogy azok emberi fogyasztásra alkalmasak-e, illetve ellenkező esetben milyen és mennyi szennyező anyag van bennük. Jelezték még, hogy a minták a diklorfenollal szennyezett fűzetről valók.

## Vizsgálatok

A vizsgálatokat két részre bontottuk, érzékszervi és kémiai vizsálatra. Egybehangzó véleményű érzékszervi vizsgálat nem okozott különösebb gondot, mert a pálinkaminták élvezhetetlenek voltak, ennek következtében emberi fogyasztásra nem alkalmasak. Ezt a szakvéleményben a kémiai vizsgálatról függetlenül kidomborítottuk.

A kémiai vizsgálat már több nehézséget jelentett, mert a praxisban nem igen fordul elő ilyen vegyületek vizsgálata, meghatározása, következésképpen reakcióikat sem ismertük, az irodalom sem közölt ilyeneket.

Először azofesték létrehozását kíséreltük meg, azzal az elgondolással, hogy az azofesték intenzitása elégséges lesz és eléggé élénk ahhoz, hogy valamelyik optikai műszerrel a szennyező anyag jelenlétére és mennyiségére következtethessünk. A pálinkákat diazotált szulfanilsavval reagáltattuk, sőt nemcsak a pálinkákat, de párlataik elejét, az utópárlatokat is végül a lombikban maradó részt is. Mindhárom frakció, de maga a pálinka is erős sárga színeződést mutatott, de ugyanilyen szint adott egy cseresznye pálinka is, amelyet kontrollként használtunk fel, s szennyezést nem tartalmazott, így fehért a kapott szín nem volt specifikus.

Az azovegyület színének eldöntése végett beszereztünk diklórfenolt is, de ezzel sem kaptunk kedvező eredményt. Ezért ezt a vizsgálati lehetőséget el kellett vetnünk, s helyette a vasIII vegyületeknek a fenollokkal való színreakcióit akartuk hasznosítani. Ismeretes, hogy a fenolok és a vas háromvegyértékű sói vizes oldatban elegyítéskor élénk színeződést adnak, ellenőrzésünk szerint a klorfenolok barnás-zöldes színt. A pálinka minták adtak is vasIII kloriddal még jól észlelhető színreakciót, de ismét nem specifikus, mert a klórfenolmentes pálinka is hasonlóan reagált, sőt a párlata is.

Ekkor gondoltuk a szerves halogénvegyületek ama tulajdonságára, hogy úgos ömlesztéskor a szerves molekulából a halogénatom lehasad és az ömledék vízben való oldása, salétromsavval való megsavanyítása után ezüstnitráttal minőségileg is, mennyiségileg is meghatározható. A módszer bevált, a vizsgálatot következőképp végezzük:

#### Vizsgálati leírás:

A pálinkát először arra vizsgáljuk meg, hogy tartalmaz-e klorid iont. Ez fontos, mert pozitív esetben mennyiségileg meg kell határozni (lásd hátrább), és levonásba helyeznünk a későbbi értékből. A vizsgálatot úgy végezzük el, hogy kb. 1 ml pálinkát pár csepp cc. salétromsavval megsavanyítjuk, és ezüstnitrát oldatot adunk hozzá. Csapadék még hosszabb ideig tartó állás után sem keletkezhet. Ugyanígy kell megvizsgálni a feltáráshoz használandó nátronlúgot is.

#### A szennyezés kimutatása:

Néhány ml mintát és kb. 1 ml n nátronlúgot beszárítunk, a szárazmaradékot elégetjük, majd néhány ml desztillált vízzel oldva salétromsavval megsavanyítjuk. Az oldatot ammoniumhidroxiddal meglúgosítjuk, forralással az ammóniák feleslegét elűzzük, és az így nyert semleges oldathoz néhány csepp. cc. salétromsavat, majd ezüstnitrát oldatot adunk. A csapadék képződése, esetleges opalizálás klorfenol, illetve dikonirt szennyezettségre mutat.

#### A szennyezőanyag meghatározása

Ha a szennyezőanyag mennyiségét akarjuk meghatározni, úgy az alábbiak szerint járunk el: 50 ml pálinkát és 5 ml n nátronlúgot platinacsészében enyhén felmelegítünk, amíg az elszálló alkoholgőzök meggyúlnak. Az alkoholtartalom kiégése után aszbeszt lapon óvatosan tovább forraljuk, amíg az összes víz elpárolog. Ekkor erős lángú Bunsen lámpával a szárazmaradékot elégetjük, ez a művelet néhány perc alatt lezajlik. Az izzítási maradékot 10 ml desztillált vízzel feloldjuk, egy csepp fenoltalein indikálása mellett megsavanyítjuk salétromsavval, majd ammóniumhidroxiddal meglúgosítjuk. Az ammóniák feleslegét kiforraljuk és az így nyert oldatot titráljuk n/10 ezüstnitrát oldattal, káliumbikromát mellett. Az eredményt kifejezhetjük diklorfenolban, vagy dikonirtban a szennyezettségtől függően. Minthogy egy molekulában két klóratom van, ezért egy mol ezüstnitrát a diklorfenol (dikonirt) fél molekulájával egyenértékű:

Diklorfenol%:  $0,00815 \times \text{fogyott ml-ek száma} \times \text{faktor} \times 2$ . A módszer minden változtatás nélkül alkalmazhatjuk dikonirtba is, de ez esetben a fenti képletben a szorzószám 0,01215.

A végzett vizsgálatok eredményeit a következő táblázat tartalmazza:

A minta fajtája	Alkoholtartalom tf %	szennyezés diklor- fenolban kifejezve g/100 ml
Gyümölcspálinka .....	51,08	0,025
Gyümölcspálinka .....	42,93	0,024
Gyümölcspálinka .....	46,01	0,015
Bor .....	11,5	0,005

A fenti vizsgálatok alkalmával az egyes pálinka és bormintáknak ún. vak-fogyasztása nem volt: a pálinka mintához káliumkromát oldatot adva n/10 ezüstnitrát oldat egy cseppjétől már vöröses ezüstkromát csapadék képződött. Ez természetes is, hiszen – amint erre kitértünk – valamennyi reagens és a vizsgált minták is klorid ion mentesek voltak.

Ugyancsak negatívnak bizonyultak azok a próbák amelyeknél diklórfenolmentes pálinkát vetettünk alá a teljes vizsgálatnak. Az égetési maradék oldata egy csepp ezüstnitrát oldattól megvörösödött. Ez várható volt, hiszen az irodalom sehol sem említi, hogy bárki klórtartalmú illékony alkatrészt talált volna akár borban, akár pálinkában, eltekintve persze attól az esettől, amikor a diklórfenolhoz hasonló szennyezés kerül beléjük. Annak eldöntésére, hogy a vizsgálati módszer alkalmazása mellett nem vész el klór, a leírt módon 2,4 diklórfenolt tártunk fel, és határoztuk meg az argentometriás titrálással a mennyiségét. A bemért 0,2150 g diklórfenol égetési maradékának a titrálásakor 0,2128 g-ot kaptunk, azaz a veszteség 1,1% volt. Tekintettel a kis mennyiségben jelenlevő szennyezésre, a pálinka és bormintáknál ilyen mérvű meghatározási hibát elhanyagolhatunk.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДИХЛОРФЕНОЛА В ФРУКТОВЫХ ВОДКАХ

*Б. Лорант*

Автор сообщает метод определения 2,4 дихлорфенола попадающегося как промышленная примесь в фруктовое сусло и из сусла в водку. При плавке дихлорфенола щелочью образуется хлорид щелочи, что определяется при помощи аргентометрии. Из содержания хлора вычисляется содержание дихлора.

## BESTIMMUNG VON DICHLORPHENOL IN BRANNTWEIN

*B. Lóránt*

In der Arbeit wird die Bestimmung des als industrielle Verunreinigung in die Obstmaische und von hier aus in den Branntwein gelangten 2,4 Dichlorphenols beschrieben. Bei der Alkalischmelze des Dichlorphenols bildet sich Alkalichlorid, welches argentometrisch bestimmbar ist. Auf Grund des Chlorgehaltes kann der Dichlorgehalt berechnet werden.

## DETERMINATION OF DICHLOROPHENOL IN BRANDIES

*B. Lóránt*

The determination of 2,4-dichlorophenol present as an industrial contamination in fruit mash and passing from this latter to the distilled brandy is described. On melting with alkali, dichlorophenol converts into alkali chloride which can be determined by argentometry, and the original content of dichlorophenol may be calculated on the basis of the chlorine content.

## DOSAGE DU DICHLORO-PHÉNOL DANS LES EAUX DE V

*B. Lóránt*

L'article décrit le mode du dosage du 2-4 dichloro-phénol introduit: contamination industrielle dans le marc et de la dans le l'eau-devie au cours de la destillation. En faisant fondre le dichloro-phénol avec de l'alkali se forme du chlorure d'alkali que l'on peut doser par argentométrie. La teneur en dichloro-phénol est obtenue par le calcul.