

Dosage polarographique des résidus de 2,6-dichloro-4-nitro-aniline (dichloran) dans les fruits

Autor(en): **Vogel, J. / Deshusses, J.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **55 (1964)**

Heft 3

PDF erstellt am: **10.08.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-982390>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

MITTEILUNGEN

AUS DEM GEBIETE DER

LEBENSMITTELUNTERSUCHUNG UND HYGIENE

VERÖFFENTLICHT VOM EIDG. GESUNDHEITSAMT IN BERN

Offizielles Organ der Schweizerischen Gesellschaft für analytische und angewandte Chemie

TRAVAUX DE CHIMIE ALIMENTAIRE ET D'HYGIÈNE

PUBLIÉS PAR LE SERVICE FÉDÉRAL DE L'HYGIÈNE PUBLIQUE À BERNE

Organe officiel de la Société suisse de chimie analytique et appliquée

ABONNEMENT:

Schweiz Fr. 19.— per Jahrgang (Ausland Fr. 24.—)
Suisse fr. 19.— par année (étranger fr. 24.—)

Preis einzelner Hefte Fr. 3.50 (Ausland Fr. 4.50)
Prix des fascicules fr. 3.50 (étranger fr. 4.50)

BAND – VOL. 55

1964

HEFT – FASC. 3

Dosage polarographique des résidus de 2,6-dichloro-4-nitro- aniline (dichloran) dans les fruits

Par *J. Vogel* et *J. Deshusses*

Laboratoire cantonal de chimie-Genève

Introduction

Sous le nom de dichloran, l'industrie des pesticides offre un fongicide nouveau dont le corps actif est la 2,6-dichloro-4-nitroaniline. En Suisse, l'emploi de cet anticryptogamique n'est proposé pour le moment que dans les cultures de fraisiers pour lutter contre la pourriture des fruits.

La 2,6-dichloro-4-nitroaniline (P. F. 192 °—194 °) est une substance jaune, inodore, pratiquement insoluble dans l'eau, peu soluble dans les solvants organiques, relativement stable à l'hydrolyse et à l'oxydation. Elle est réduite en phénylène-diamine correspondante par le zinc en milieu acide et cette réaction est la base des méthodes de déterminations colorimétriques proposées jusqu'ici pour doser les résidus de ce fongicide dans les fruits et légumes.

Nous avons mis au point une méthode de polarographie relativement rapide pour doser les résidus de dichloran dans les fraises, méthode qui nous permettra désormais de contrôler la teneur de ces fruits en dichloran.

Principe de la méthode

Le dichloran est extrait des fruits à l'aide de l'acétonitrile en présence de sulfate de sodium anhydre en poids égal. La solution organique est évaporée à sec. Le résidu est repris par de l'eau distillée et un peu d'alcool. Le dichloran est réextrait de cette solution par du toluène dans un appareil perforateur.

Le toluène est évaporé et le résidu est repris par une solution d'hydroxyde de sodium 1 N qui est dilué ensuite dans de l'eau de façon à ce que la normalité de la solution soit de 0,25 N. Le dichloran est dosé par réduction polarographique, du groupe nitro.

Mode opératoire

Réactifs et solutions

Sulfate de sodium anhydre
Acétonitrile
Toluène
Ethanol 95 °
Solution d'hydroxyde de sodium 1 N

Appareils

Évaporateur rotatif sous le vide.

Perforateur de 100 ml de volume utile pour solvants plus légers que l'eau, avec une plaque frittée G. O.

Polarographe Metrohm «Polaricord» E 261, cuve de mesure de 10 ml utilisant une surface de mercure comme anode.

Extraction à l'acétonitrile

Introduire dans un flacon à large col, 15 gr environ de fruit réduit en pulpe et un poids égal de sulfate de sodium anhydre. Triturer la masse pour former une pâte homogène. Introduire dans le flacon 25 ml d'acétonitrile, triturer durant une dizaine de minutes la masse au moyen d'une baguette de verre dont l'extrémité est aplatie. Verser la solution obtenue dans un ballon rodé de 100 ml. Recommencer l'opération avec une nouvelle portion de 25 ml d'acétonitrile. Réunir les solutions d'acétonitrile. Adapter le ballon à l'évaporateur rotatif sous vide, chasser intégralement le solvant.

Réextraction du dichloran par le toluène

Le résidu obtenu est trop impur pour qu'une détermination polarographique soit possible. Il faut réextraire le dichloran à l'aide de toluène en procédant de la manière suivante: Reprendre le résidu contenu dans le ballon avec 50 ml d'eau distillée, le résidu se dissout presque totalement. Introduire la solution aqueuse dans un perforateur d'une capacité de 100 ml. Rincer soigneusement le ballon avec quelques ml d'éthanol en plusieurs fois de manière à reprendre la totalité du

résidu. La solution alcoolique est introduite à son tour dans le perforateur. A l'aide d'eau distillée, amener le niveau de la solution à 1,5—2 cm au-dessous du tube latéral d'écoulement. Adapter au perforateur un ballon de 250 ml contenant 100 ml de toluène. Porter le toluène à l'ébullition, maintenir l'appareil à reflux durant 30 minutes. Ce temps est suffisant pour assurer une récupération quantitative du dichloran sans que des impuretés soient entraînées en quantité appréciable. La solution de toluène contenant le dichloran est évaporée sous le vide au moyen de l'évaporateur rotatif (placer 3 billes de verre dans le ballon pour éviter les retards à l'ébullition qui se produisent facilement avec ce solvant). Le solvant étant chassé il reste dans le ballon un résidu à peine visible.

Détermination polarographique

Reprendre le résidu obtenu précédemment avec 2,5 ml de NaOH-n, tourner le ballon en tous sens pour laver entièrement les parois et remettre en solution la totalité du dichloran. Ajouter ensuite 7,5 ml d'eau distillée.

Transvaser la solution dans une cuve de mesure polarographique contenant une couche de mercure comme anode.

Chasser l'oxygène par passage d'un courant d'hydrogène ou d'azote pendant 10 minutes.

Effectuer la détermination polarographique entre $-0,3$ et $-0,8$ volt. Le potentiel de réduction $E_{1/2}$ est de $-0,55$ volt par rapport à la surface mercure/solution.

Résultats

Appliquée au dosage de la 2,6-dichloro-4-nitroaniline dans les fraises, nous avons constaté que la méthode permet de doser des quantités inférieures à 1 ppm. Pour cette teneur, nous obtenons un saut de réduction parfaitement net mesurant 40 mm à la sensibilité de $1 \cdot 10^{-9}$ A/mm.

En ajoutant des quantités connues de 2,6-dichloro-4-nitroaniline à des fraises exemptes de ce fongicide, nous avons constaté que la précision de la méthode est de l'ordre de $\pm 3\%$ environ pour des teneurs comprises entre 2 et 7 ppm.

Résumé

Nous décrivons une méthode polarographique de dosage des résidus de 2,6-dichloro-4-nitroaniline (dichloran) dans les fruits, dans les fraises notamment.

Cette méthode comprend d'abord une extraction de dichloran au moyen d'acétonitrile suivie d'une purification de l'extrait obtenu après évaporation de l'acétonitrile par une réextraction avec le toluène. Après évaporation du toluène, le résidu est repris par de l'hydroxyde de sodium 1 N; la solution est soumise à la détermination polarographique entre $-0,3$ et $-0,8$ volt. Le potentiel de réduction $E_{1/2}$ est de $-0,55$ volt par rapport à la surface mercure/solution.

Pour des teneurs en dichloran de 2 à 7 ppm, la précision de la méthode est de l'ordre de $\pm 3\%$ environ.

Zusammenfassung

Es wird eine polarographische Methode zur Bestimmung der Rückstände von 2,6-Dichlor-4-nitroaniline (Dichloran) in Früchten, besonders in Erdbeeren, beschrieben.

Diese Methode besteht zuerst in einer Extraktion des Dichlorans mit Acetonitril, gefolgt von einer Reinigung des Extraktes, nach Verdampfen des Acetonitrils, durch erneute Extraktion mit Toluol. Nach Abdampfen des Toluols wird der Rückstand in 1 N Natronlauge aufgenommen; die Lösung unterwirft man der polarographischen Bestimmung zwischen $-0,3$ und $-0,8$ Volt. Reduktionspotential $E^{1/2}$ beträgt $-0,55$ Volt, bezogen auf die Oberfläche Quecksilber/Lösung.

Für Dichlorangehalte von 2—7 ppm beträgt die Genauigkeit der Methode ungefähr $\pm 3\%$.

Summary

Description of a procedure for the determination of 2,6-dichloro-4-nitroaniline (Dichloran) in fruits, for example in strawberries, by means of polarography.

For a Dichloran content of 2 to 7 p. p. m. the precision of the method is equal to about $\pm 3\%$.

Zur Bestimmung der Aromadurchlässigkeit von Folien und mit Kunststoff beschichteten Papieren

Von *H. Hadorn* und *K. Zürcher*

Laboratorium des Verbandes Schweiz. Konsumvereine (VSK), Basel

I. Einleitung

Kunststoff-Folien und mit Kunststoff beschichtete Papiere werden in immer größerem Ausmaß zur Verpackung von Lebensmitteln verwendet. Viele Kunststoffe lassen sich heiß verschweißen oder «versiegeln». Es gelingt daher auf einfache und rationelle Art, aus Papieren, die mit geeigneten Kunststoffen beschichtet sind, verschweißte Beutel herzustellen und dieselben nach dem Einfüllen luftdicht zu verschließen. Die Kunststoffbeschichtung hat in diesem Falle in erster Linie die Aufgabe, das Heißverschweißen zu ermöglichen. Daneben soll die Beschichtung das verpackte Lebensmittel auch vor Feuchtigkeit, Luft und anderen ungünstigen Einflüssen, wie fremden Gerüchen, in vielen Fällen auch vor Aromaverlusten schützen.

Zur Bestimmung der Durchlässigkeit von Feuchtigkeit (1) und Gasen (2), (3), wie Sauerstoff, Wasserstoff und Edelgase durch Packmaterialien liegen gute Methoden vor. Für die Bestimmung der Aromadurchlässigkeit dagegen findet man in der Literatur nur spärliche Angaben. Die Aromaundurchlässigkeit eines Packmaterials ist jedoch von großer Bedeutung. Es sind zwei Fälle zu unterscheiden. Ent-