

Bestimmung von DNOC (2-Methyl-4,6-dinitrophenol) in Kartoffelknollen

Autor(en): **Roos, F. / Lütt, K. / Gamper, E.**

Objektyp: **Article**

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

Band (Jahr): **65 (1974)**

Heft 4

PDF erstellt am: **12.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983704>

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.

Bestimmung von DNOC (2-Methyl-4,6-dinitrophenol) in Kartoffelknollen

F. Roos, K. Lütt und E. Gamper

Zentrallaboratorium UFAG, Sursee

Einleitung

In Anlehnung an die von *Yip* und *Howard* (1) beschriebene Vorschrift wurde die Rückstandsanalytik von DNOC auf Kartoffelknollen modifiziert. Während die Extraktion im wesentlichen übernommen wurde, erreichten wir mit einer einfacheren Standardisierung des Florisils und mit weniger aufwendiger Elution der Florisilsäule zufriedenstellende Analysenergebnisse bei Zusatzversuchen. Die nachstehend beschriebene Analytik wird in den angegebenen Quantitäten in unserem Labor angewandt. DNOC wird dabei nach Extraktion aus den Kartoffeln mit Diazomethan veräthert, das entstandene Derivat gereinigt und endlich gaschromatographisch mit einem Elektroneneinfangdetektor (ECD) bestimmt.

Methodik

Herstellung von Diazomethanreagenz

2,1 g N-Methyl-N-nitroso-p-toluolsulfonamid (Merck) werden in das Reaktionsgefäß einer Semi-Mikrodestillier-Apparatur (Abb. 1) gegeben und mit 30 ml Diäthyläther (p. a.) versetzt. Bei 50 ° C Wasserbadtemperatur wird, unter Zutropfen einer 0,4%igen alkoholischen Kalilauge, das Reaktionsgemisch zweifach in eine gekühlte, 10 ml Diäthyläther enthaltende Vorlage destilliert. Es destillieren ca. 8 ml in die Vorlage, diese wird mit Diäthyläther auf 50 ml gebracht und als Diazomethan-Reagenz bei der DNOC-Bestimmung eingesetzt. Aufbewahrung in einer Braunglasflasche im Kühlschrank.

Standardisierung von Florisil

- 200 g Florisil in Porzellanschalen während 2 Stunden bei 450 ° im Muffelofen aktivieren.
- Im Trockenschrank bei 105—110 ° C auf diese Temperatur abkühlen lassen.
- In Glasflaschen mit Schliffstopfen abfüllen.
- Nach Bedarf einen Teil davon oder die ganze Menge wie folgt passivieren:
 - Großer Exsikkator mit 40—41%iger H₂SO₄ (titrimetrisch bestimmt) in einer Schale oder auch direkt auf dem Exsikkatorboden beschicken.
 - Florisil in großer Petrischale ausgetreut in den Exsikkator geben.

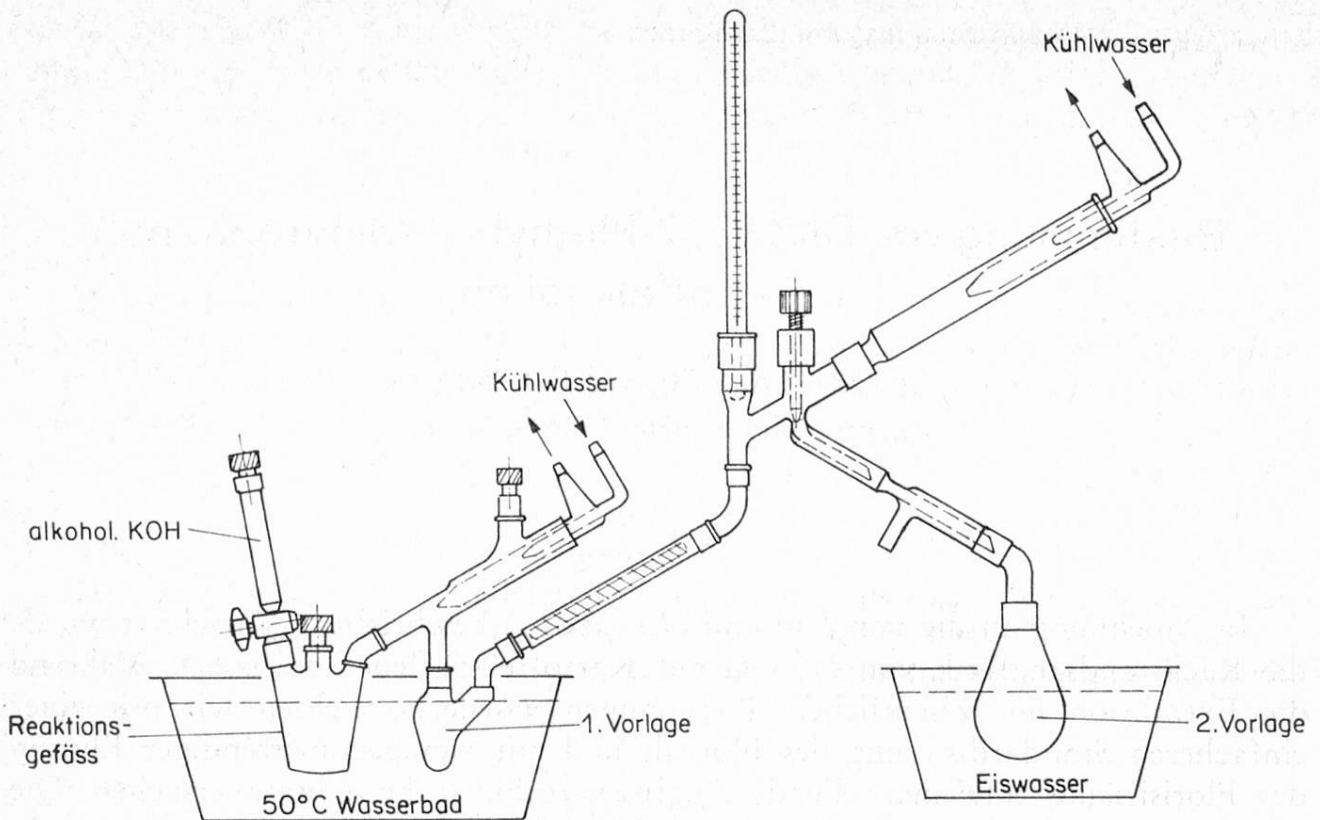


Abb. 1. Apparatur zur Herstellung von Diazomethan

- Exsikkator dicht verschließen.
- Während 14 Stunden stehen lassen.
- Passiviertes Florisil sofort und rasch in Glasflasche mit Schliff abfüllen und bei 105—110 ° C aufbewahren (bei dieser Temperatur bleibt das Florisil standardisiert).
- Das standardisierte Florisil wird in 4-g-Portionen in braune Ampullen eingeschmolzen.

Lösungsmittel

Anforderungen bezüglich Reinheit und Sauberkeit wie bei anderen GC/ECD-Analysen: Ganzer Analysengang nur mit den Reagenzien darf keine störenden Interferenzen ergeben.

Arbeitsvorschrift

Extraktion

- Kartoffeln fein zerstückeln.
- 50 g davon mit 150 ml Chloroform überschichten und 3 ml H₂SO₄ konz. zugeben.
- Im Haushaltmixer 3 Minuten mazerieren.
- Unter reduzierter Mixgeschwindigkeit 50 g gegluhtes Natriumsulfat langsam zusetzen und eine weitere Minute mixen.
- An der Wand anhaftende Krusten abkratzen und weitere 2 Minuten mixen.
- 5 Minuten stehen lassen, wenn nötig abkühlen.

- Durch Faltenfilter S + S 18,5 cm filtrieren.
- Extrakt durch eine Säule (30 cm, 11 mm), enthaltend von unten nach oben 4 g Na₂SO₄, 0,5 g Celite, 7 g Na₂SO₄, klären.

Verätherung mit Diazomethan

- 30 ml des filtrierten Extraktes (= 10 g Probe) in 200 ml Rundkolben geben, am Rotovap bei 50 °C vorsichtig auf 2 ml einengen. 3 ml Aether zugeben, mischen, 5 ml Diazomethan-Reagens zusetzen.
- Unter zeitweiligem Schütteln 15 Minuten reagieren lassen.
- Vorsichtig bis zur Trockene einengen.
- In 12 ml Tetrachlorkohlenstoff aufnehmen.

Vorreinigung

- Im Mörser 5 g Celite mit 2,0 ml H₂SO₄ konz. mischen, 1,0 ml 15%ige rauchende H₂SO₄ zugeben und erneut mischen.
- Diese Mischung zum verätherten Probenextrakt (in 12 ml Tetrachlorkohlenstoff) geben und intensiv homogenisieren.
- Während 30 Minuten das Gefäß periodisch schütteln.
- 10 ml CCl₄ zufügen und rühren.
- Quantitativ in eine Säule (15 cm, 20 mm) überführen mit CCl₄.
- Bei 4 ml/Min. mit 200 ml CCl₄ eluieren. Auf ≈ 2 ml bei 50 °C am Rotovap vorsichtig einengen, 5 ml Petroläther zufügen.

Säulenchromatographische Reinigung an Florisil

- 2 g Florisil auf eine Säule (30 cm, 11 mm) geben und mit 1,5 g Na₂SO₄ bedecken.
- Extrakt in die Säule einlaufen lassen, Gefäß mit Petroläther nachspülen.
- Elution:
 - 50 ml Petroläther/Aether 4+1 (V/v) verwerfen
 - 40 ml Petroläther/Aether 3+2 (V/v) Haupteluat
 - 20 ml Petroläther/Aether 3+2 (V/v) Nacheluat
- Das Haupteluat wird vorsichtig auf ca. 10 ml eingengt (Rotovap) und mit Petroläther in ein 20 ml Meßkölbchen transferiert.

Gaschromatographie

- Trennsäule: Glaskolonne, Länge 2 m, Innendurchmesser 2 mm. 3% Silikon OV-225 auf Gaschrom Q 100/120 mesh. 3% Silikon DC-200 (12 500 cstks) auf Gaschrom Q 100/120 mesh im Verhältnis 1:1 (V/v), DC-200 am Säuleneinlaß.
- Detektor: Elektroneneinfangdetektor Ni 63.
- Temperaturen: Detektor 280 °. Trennsäule: 200 °. Einlaß: 240 °, Probe wird im Einlaß direkt auf die Trennsäule gespritzt.

Standard

0,2 bzw. 0,5 ppm entsprechende DNOC-Mengen werden gemäß Vorschrift veräthert, gereinigt und das Volumen mit Petroläther auf 20 ml gestellt.

Beleganalysen

Bei Zusätzen verschiedener Mengen DNOC zur Einwaage der klein zerstückelten Kartoffeln ergaben sich folgende Werte:

| Zusatz | Rückgewinnung in % | |
|----------|--------------------|----------|
| | 1. Best. | 2. Best. |
| 0,05 ppm | 91 | 104 |
| 0,1 ppm | 100 | 97 |
| 0,2 ppm | 93 | 87 |
| 0,5 ppm | 86 | 86 |

Zusammenfassung

Die praktische Durchführung der DNOC-Rückstandsanalytik bei Kartoffelknollen wird beschrieben. Nach Extraktion, Verätherung des DNOC mit Diazomethan, Reinigung des Derivates mit einem Florisil clean up und gaschromatographischer Bestimmung werden zufriedenstellende Rückgewinnungswerte gefunden.

Résumé

L'exécution pratique de l'analyse des résidus de DNOC dans les tubercules de pommes de terre, est décrite. Après extraction, étherification du DNOC avec le diazométhane, purification du dérivé avec un «clean up» Florisil et chromatographie en phase gazeuse, on obtient des valeurs de récupération satisfaisantes.

Summary

A description of the practical method of analysis on DNOC-residue of bulb potatoes is given. After extraction, etherification of DNOC with diazomethane, refining of the derivative with a Florisil clean up and gaschromatographic analysis, satisfactory recovery results can be obtained.

Literatur

1. Yip, G. and Howard, S. F.: Extraction and cleanup procedure for the gas chromatographic determination of four dinitrophenolic pesticides. J. Assoc. Offic. Analyt. Chemists **51**, 24—28 (1968).

Dr. F. Roos
K. Lütt
E. Gamper
Zentrallabor UFAG
CH-6210 Sursee