

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОМИССИЯ ПО ХИМИЧЕСКИМ СРЕДСТВАМ
БОРЬБЫ С ВРЕДИТЕЛЯМИ, БОЛЕЗНЯМИ РАСТЕНИЙ И СОРНЯКАМИ
ПРИ МСХ СССР

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного
санитарного врача
Союза ССР

Д.И. МОРАНСКИЙ

30 апреля 1969 года

МЕТОДИ

ОПРЕДЕЛЕНИЯ МИКРОКОЛИЧЕСТВ ПЕСТИЦИДОВ В ПРОДУКТАХ
ПИТАНИЯ, ФУРАЖЕ, ПОЧВЕ И ВОДЕ

г. Москва

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕКСАХЛОРАНА В ПРОДУКТАХ
ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

А.И. Штенберг и Э.Н. Богомолова /

Принцип метода

Метод основан на экстракции гексахлорана из продукта хлороформом, количественном превращении его в бензол, путём де-хлорирования в ледяной уксусной кислоте с помощью цинка, с последующим нитрованием полученного бензола до мстадинитробензола, колориметрическом определении последнего в эфирно-ацетоновом растворе в присутствии щёлочи по характерной краснофиолетовой окраске.

Метод специфичен, чувствительность его 3-5 мкг препарата в навеске.

Реактивы и растворы:

1. Хлороформ. 2. Кислота уксусная ледяная, х.ч.^x /.
3. Кислота серная, х.ч. уд.в. 1,84. Кислота малоновая или лимонная, х.ч. 5. Цинк, порошок. Аммоний азотнокислый, высушенный при 80°C. 7. Кали едкое, х.ч., 50% раствор. 8. Натр едкий, х.ч. 0,5 раствор. 9. Кальций хлористый, свежепрокалённый. 10. Нитрующая смесь: 10г азотнокислого аммония растворяют в 100 мл серной кислоты, уд.в. 1,84, хранят в холодильнике не более 7 дней.
11. Эфирноацетоновая смесь: 30мл эфира смешивают с 70мл ацетона. Раствор хранится в склянке с притёртой пробкой, в тёмном месте.
12. Стандартный раствор гексахлорана. 10мг препарата^{xx}. Хранит раствор следует в тёмном месте прохлаждном в течение 2-х недель.

Вышеуказанные реактивы не должны содержать производные бензола.

- х) Уксусная кислота может быть загрязнена ароматическими примесями, поэтому нуждается в предварительной очистке. 500мл кислоты кипятят с 10г гранулированного цинка в течение 2-х часов с обратным холодильником, а затем перегоняют, причём первые порции 100-150мл отбрасывают.
- ух) 10 мг препарата х.ч. растворяют в хлороформе в мерной колбе на 100мл. 10мл полученного раствора переносят в другую мерную колбу ёмкостью 100мл и доводят до метки хлороформом. 1мл этого раствора содержит 10мкг препарата.

Приборы и посуда

1. Установка для одновременного дехлорирования гексахлорана и нитрования бензола/рис.6/, состоящая из колбы со шлифом /1/, оделанной из термостойкого стекла, холодильника/2/ и сосуда для нитрования/3/. 2. Делительные воронки, ёмкостью 100мл. 3. Пробирки с притёртыми пробками на 10-15мл. 4. Колбы конические со шлифом из термостойкого стекла. 5. Пипетки. 6. Баня водяная. 7. Плитка электрическая. 8. Ультратермостат.

Ход анализа

Подготовка проб для анализа

Мясо

Пробу мяса весом 0,5-1,0 кг измельчают с помощью мясорубки, тщательно перемешивают, берут навеску в 20г, заливают 50мл хлороформа и оставляют на 18-20 часов. Полученный экстракт фильтруют через воронку с батином тампоном в колбу со шлифом, которая после удаления растворителя будет служить для дехлорирования гексахлорана. В исследуемой пробе вновь добавляют 25мл хлороформа, энергично встряхивают и фильтруют экстракт в ту же колбу, после чего растворитель отгоняют.

Жиры /сливочное масло, говяжий, бараний, свиной жир/х

Предварительной подготовки образцов для анализа не требуется, поэтому берут навеску жира весом в 5г, помещают в колбу, предназначенную для дехлорирования гексахлорана и продолжают анализ по прописк.

х) Предлагаемый метод может быть использован также для определения гексахлорана в растительном масле, по аналогии с животными жирами.

Яйцо

Яйцо, освобожденное от скорлупы, помещают в фарфоровую чашку и высушивают на кипящей водяной бане, периодически помешивая стеклянной палочкой. Сухой остаток тщательно измельчают в фарфоровой ступке, переносят в делительную воронку и экстрагируют трижды хлороформом /первый раз 60мл, второй и третий по 30мл/.

Объединенный экстракт, высушенный с помощью б/в сульфата натрия, фильтруют в колбу для дехлорирования через бумажный складчатый фильтр и отгоняют растворитель.

Дальнейшее проведение анализа одинаково для всех вышеуказанных продуктов. После удаления растворителя в колбу с сухим остатком добавляют 7 мл. ледяной уксусной кислоты, туда же помещают 1г цинка и 2г малоновой кислоты.

Одновременно в сосуд для нитрования наливают 4мл нитрующей смеси и закрывают отверстие верхнего колена сосуда хлоркальциевой трубкой, заполненной прокаленным хлористым кальцием. Колбу с реагирующей смесью помещают на электролитку и притирают к нижнему шлифу холодильника, а нитрационный сосуд к верхнему. Шлифы прибора для герметичности следует смазать ледяной уксусной кислотой.

Вода в холодильнике предварительно нагревается до 80-90°C, температура её должна быть постоянной в течение всего процесса дехлорирования, что легко достигается использованием ультратермомостата, горячая вода из которого поступает в холодильник по резиновым трубкам. При отсутствии ультратермомостата для этой цели можно использовать электрическую спираль, обмотав её холодильником. Указанная температура воды является наилучшей, при которой образующийся из гексахлорана бензол находится в паробразном состоянии и увлекаемый током углекислого газа, выделяющегося из малоновой кислоты, передвигается в нитрационный сосуд, где превращается в метадинитробензол, а уксусная кислота при этой температуре кон-

II

денсирована в холодильнике и, таким образом, предотвращается попадание её в сосуд для нитрования.

После того, как установка собрана, включают в сеть электроплитку. Процесс дехлорирования гексахлорана и нитрования бензола длится 2-2,5 часа. По окончании его, во избежание переброса жидкости из нитрационного сосуда в реакционную колбу, отсоединяют, сначала нитрационный сосуд и только после этого выключают электроплитку и разбирают установку. Содержимое сосуда переносят в делительную воронку, в которую предварительно наливают 10мл ледяной дистиллированной воды. Сосуд трижды ополаскивают небольшими порциями воды, которые сливают в ту же делительную воронку.

Экстракция нитропродукта проводят хлороформом. Для этого в делительную воронку, содержащую раствор нитропродукта /метадинитробензола/ добавляют 25мл хлороформа и энергично встряхивают воронку в течение 3-х минут. После расслоения жидкости нижний/хлороформенный слой/ переносят в другую воронку, в водную фазу/верхний слой/ экстрагируют 15мл хлороформа. Затем хлороформенные экстракты объединяют, а водный слой отбрасывают и приступают к промыванию экстракта

5H В делительную воронку с объединёнными экстрактами вносят 5мл раствора едкого натра и встряхивают её 2-3 минуты, затем дают жидкости расслоиться и сливают нижний хлороформенный слой в другую воронку и промывают ещё раз щёлочью, а потом 25мл воды. Водный слой отбрасывают, а хлороформенный сушат безводным сульфатом натрия. Обезвоженный экстракт метадинитробензола помещают в колбу для отгона растворителя и отгоняют хлороформ на водяной бане при температуре воды не более 40°C, используя водоструйный насос, при этом необходимо учитывать, что чрезмерное нагревание и длительность продувания воздуха ведут к потерям метадинитробензола.

Сухой остаток растворяют в 5мл эфирно-ацетоновой смеси, раствор переносят в пробирку с притертой пробкой, добавляют 1мл 50% р-ра

едного кали и энергично встряхивают в течение 1 минуты.

При наличии гексахлорана развивается краснофиолетовая окраска.

Измерение ^{оптической} плотности полученного раствора проводят через 20 мин.

При зелёном светофильтре и длине волны 540–560 м в кювете толщиной 2 см. Контролем служит дистиллированная вода.

Колориметрирование следует проводить быстро, после того, как раствор перенесён в кювету, т.к. интенсивность окраски падает при прекращении контакта его со щёлочью.

Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика навеску исследуемого продукта вносят последовательно 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 мг стандартного раствора, содержащего 10 мкг ГХЦГ в 1 мл. Растворитель отгоняют над водяной баней с помощью водоструйного насоса и далее поступают в соответствии с прописью метода, начиная с дехлорирования гексахлорана.

При вычислении содержания гексахлорана в навеске следует учитывать оптическую плотность контрольных образцов.