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

УТВЕРЖДАЮ:

Заместитель Главного
санитарного врача
Союза ССР

Д.И.ЛОРАНСКИЙ

30 апреля 1969 года

МЕТОДЫ

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

г.Москва

gost.e-ecolog.ru

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЕКСАХЛОРАНА В ПРОДУКТАХ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

/ А.И. Штенберг и З.Н. Богомолова /

Принцип метода

Метод основан на экстракции гексахлорана из продукта хлороформом, количественном превращении его в бензол, путём дехлорирования в ледяной уксусной кислоте с помощью цинка, с последующим нитрованием полученного бензола до метадинитробензола, колориметрическом определении последнего в эфирно-ацетоновом растворе в присутствии щёлочи по характерной красно-фиолетовой 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°С. 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. Эфирно-ацетоновая смесь: 30мл эфира смешивают с 70мл ацетона. Раствор хранится в склянке с притёртой пробкой в тёмном месте. 12. Стандартный раствор гексахлорана. 10мг препарата[xx]. Хранить раствор следует в тёмном (прохладном) месте в течение 2-х недель.

Вышеуказанные реактивы не должны содержать производных бензола.

---

[x] [xx] / см. на стр.2

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.

хх) 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/, отделанной 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 25г, заливают 50мл хлороформа и оставляют на 18-20 часов. Полученный экстракт фильтруют через воронку с ватным тампоном в колбу со шлифом, которая после удаления растворителя будет служить для дехлорирования гексахлорана. К 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 прописи.

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

Яйцо

Яйцо, освобождённое 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/.

Об"единённый 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 прокалённым хлористым кальцием.

Колбу с реагирующей смесью помещают на электроплитку 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°С, температура её должна быть постоянной в течение всего процесса дехлорирования, что легко достигается использованием ультратермостата, горячая вода из которого поступает в холодильник по резиновым трубкам. При отсутствии ультратермостата для этой цели можно использовать электрическую спираль, обмотав ею холодильник. Указанная температура воды является наилучшей, при которой образующийся из гексахлорана бензол находится в парообразном 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-

денсируется 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.

Экстракцию 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, а водную фазу/верхний слой/ экстрагируют 15мл хлороформа. Затем хлороформенные экстракты объединяют, а водный слой отбрасывают и приступают к промыванию экстракта.

В делительную воронку с объединёнными экстрактами вносят 5мл 5Н 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°С, используя водоструйный насос, при этом необходимо учитывать, что чрезмерное нагревание и длительность продувания воздуха ведут к потерям метадинитробензола.

Сухой остаток растворяют в 9мл эфирно-ацетоновой смеси, раствор переносят в пробирку с притертой пробкой, добавляют 1мл 50% р-ра

едкого кали и энергично встряхивают в течение 1 минуты.

При наличии гексахлорана развивается красно-фиолетовая окраска. Измерение оптической плотности полученного раствора проводят через 20мин. При зелёном светофильтре и длине волны 540–560 м в кювете толщиной слоя 2см. 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 , 5,0мл стандартного раствора, содержащего 10мкг ГХЦГ в 1мл. 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.

gost.e-ecolog.ru