

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.<sup>x</sup> /.
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<sup>xx</sup>. 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 прописке.

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

денсифицируется 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, а 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 делочью, 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 <sup>оптической</sup> 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.