**Лабораторна робота № 7-8**

 ВИЯВЛЕННЯ ОТРУТОХІМІКАТІВ

**Хлорорганічні отрутохімікати.**

**Вилучення гексахлорциклогексану з трупного матеріалу.**

 В круглодонну колбу місткістю 500 мл вносять 100 г ретельно подрібненого трупного матеріалу (органи трупів, шлунок і кишки з вмістом), додають води до отримання кашоподібної маси. Цю суміш підкисляють водним розчином щавлевої кислоти до явно вираженої кислої реакції (по лакмусу). Колбу приєднують до апарату для перегонки з водяною парою, потім встановлюють її на киплячу водяну баню і проводять перегонку ГХЦГ з водяною парою. В приймач збирають 300 мл дистиляту. В ході перегонки ГХЦГ з водяною парою на внутрішній стінці холодильника може з'явитися білий наліт, а в дистиляті – тверді білі частинки. Після закінчення перегонки холодильник відділяють від апарату і промивають діетиловим етером. Етер, використаний для промивки, приєднують до дистиляту. Дистилят переносять в ділильну лійку місткістю 500 мл і три рази збовтують з новими порціями етеру по 100 мл. Сполучені етерні витяжки вносять в іншу таку ж ділильну лійку, додають воду і збовтують. Водну фазу відкидають, а етерний шар переносять в колбу і відганяють етер до невеликого об'єму. Залишок вносять у порцелянову чашку і при кімнатній температурі випаровують етер до тих пір, поки в чашці не залишиться небагато рідини. В цій рідині визначають наявність ГХЦГ.

**Виявлення ГХЦГ**

**Реакція з бурштиновою кислотою і ферум (ІІІ) сульфатом**. В мікропробірку вносять 10 мг бурштинової або фталевої кислоти і невелику кількість досліджуваної речовини або 1-2 краплі її розчину (в цьому випадку розчинник випаровують насухо). Отвір пробірки накривають кружком фільтрувального паперу, змоченого 0,1 % розчином ферум (ІІІ) сульфату. Пробірку занурюють в гліцеролову баню, нагріту до 200 °С. При наявності ГХЦГ в пробі на папері з'являється синя пляма.

**Реакція відщеплення хлору і виявлення його з арґентум нітратом**. 5- 10 мл розчину препарату вносять в колбу місткістю 50 мл і додають 50 двократний об'єм 10 % спиртового розчину калій гідроксиду. Колбу сполучають з повітряним холодильником, встановлюють її на киплячу водяну баню і нагрівають 1 год. Потім знімають холодильник і продовжують нагрівати до видалення основної кількості рідини. Рідину, що залишилася, охолоджують до кімнатної температури, підкислюють розбавленою нітратною кислотою до кислої реакції (по лакмусу), потім додають розчин арґентум нітрату. При цьому випадає білий осад, розчинний у водному розчині амоніаку.

 **Реакція дехлорування ГХЦГ і подальшої нітрації бензену, що утворився**. Спочатку проводять дехлорування ГХЦГ, як вказано при виконанні попередньої реакції. Осад арґентум хлориду, що утворився, фільтрують. Фільтрат випаровують до невеликого об'єму. До залишку додають 2 мл концентрованої сульфатної кислоти, 0.1 г натрій нітрату. Суміш нагрівають до 125-130 °С і витримують при цій температурі 10 хв. Розчин охолоджують, додають 10 мл діетилового етеру і збовтують. Етерний шар відділяють і випаровують насухо. Сухий залишок розчиняють в 3-5 мл ацетону, потім додають 1 мл 20 %-го спиртового розчину калій гідроксиду. За наявності ГХЦГ в пробі розчин набуває червоно-фіолетове або рожеве забарвлення. Якщо ацетон замінити метилетилкетоном, то розчин забарвлюється у фіолетовий колір.

**Вилучення ДДТ з трупного матеріалу**

 Об'єкт біологічного походження (100 г), ретельно подрібнений, екстрагують 5-6 разів діетиловим етером (20-25 мл), підкисленим концентрованою сульфатною кислотою (3-5 мл концентрованої сульфатної кислоти). Під час вилучення можуть утворюватися густі емульсії. В цьому випадку емульсію відділяють, зливають разом з етером, відстоюють протягом 1-2 годин, після чого відділяють етерний шар. До емульсії, що залишилася в колбі додають 15-20 мл свіжого етеру. Вміст колби знову збовтують, відстоюють і етерний шар зливають. Після 3-4-кратного промивання емульсії етером останню перемішують з 3-5 г безводого натрій сульфату і суміш знову промивають етером. Всі етерні витяжки об’єднують, промивають у ділильній воронці кілька разів дистильованою водою до повного видалення іонів хлору. Етерну витяжку випарюють насухо нагріванням на електричній водяній бані, сухий залишок розчиняють в етері, переносять в мірну колбу і доводять до мітки етером.

 **Виявлення ДДТ**

**Реакція відщеплювання хлору і виявлення його з арґентум нітратом**. Аліквотну частину етерного розчину випаровують, якщо потрібно, до об'єму 3-5 мл, переносять в конічну колбу, додають 2-3 мл спиртового 51 розчину калій гідроксиду і нагрівають із зворотним холодильником на киплячій водяній бані протягом 10 хвилин. Потім вміст колби підкислюють 10% розчином нітратної кислоти до слабокислої реакції по лакмусу, змішують для просвітлення з 0.1-0.2 г активованого вугілля і фільтрують через паперовий фільтр. При додаванні до розчину кількох крапель розчину арґентум нітрату випадає білий сирнистий осад, розчинний в амоніаку.

**Реакція нітрування та взаємодії з натрій метилатом**. Частину етерного розчину переносять у фарфорову чашку, етер випаровують насухо при обережному нагріванні на водяній бані, до сухого залишку додають 1-2 мл концентрованої сульфатної кислоти, що містить 0.2-0.5 г амоній нітрату. Рідину переносять в пробірку і нагрівають на водяній бані протягом 4-6 год. Розчин розбавляють дуже холодною водою до об'єму 20-25 мл і екстрагують в ділильній воронці 3 рази етером (10-15 мл кожна порція). Етерні витяжки, об’єднують, промивають 5 мл 5% розчину натрій гідроксиду і два рази (по 10 мл) насиченого розчину натрій хлориду. Етерний шар фільтрують через вату. Етер випаровують насухо у фарфоровій чашці на водяній бані, сухий залишок розчиняють в невеликій кількості бензену. До отриманого розчину додають декілька крапель розчину натрій метилату. За наявності ДДТ розчин забарвлюється у фіолетово-синій колір.

 **Виділення гептахлору з біологічного матеріалу**

25 г подрібненого біологічного матеріалу вносять в колбу, додають воду до отримання кашоподібної маси. До цієї кашоподібної маси додають 40 мл н-гексану, збовтують, потім суміш залишають на 30 хв при періодичному збовтуванні вмісту колби. Після цього з біологічного матеріалу зливають шар органічного розчинника, а до біологічного матеріалу додають ще одну порцію н-гексану. Гексанові витяжки сполучають і переносять в ділильну лійку, в яку додають 10 мл насиченого розчину натрій сульфату в 20 % розчині сульфатної кислоти, і збовтують. Потім відділяють шар н-гексану, який ще кілька разів збовтують з насиченим розчином натрій сульфату в 20 % розчині сульфатної кислоти (до отримання безбарвної водної фази). Очищені таким чином н-гексанові витяжки збовтують з сухим безводим натрій сульфатом, потім їх зливають з натрій сульфатом. Отримані гексанові витяжки випаровують насухо. Сухі залишки використовують для виявлення гептахлору. **Виявлення гептахлору**

**Реакція з діетиламином**. В пробірку вносять 1-2 мл розчину досліджуваної речовини в дихлоретані. Потім по стінці пробірки додають 5-7 крапель реактиву, що складається з одного об'єму діетиламіну і двох об'ємів 0.1 н розчину калій гідроксиду в метиловому спирті. Суміш збовтують. За 52 наявності гептахлору в пробі рідина набуває зеленого забарвлення, яке швидко зникає.

**Реакція з діетаноламіном**. В пробірку вносять 1-2 мл розчину досліджуваної речовини в дихлоретані і додають декілька крапель реактиву (суміш 1 частини діетаноламіну і двох частин розчину калій гідроксиду в метиловому спирті). Поява фіолетового забарвлення вказує на наявність гептахлору в пробі. Реакція з діетаноламіном специфічна для виявлення гептахлору. Реакцію можна виконувати краплинним методом. Смужку фільтрувального паперу змочують сумішшю діетаноламіну і 0.1 н розчину калій гідроксиду в метиловому спирті. Папір підсушують на повітрі і наносять на неї краплю досліджуваного розчину. За наявності гептахлору в пробі на папері з'являється фіолетова або бузкова пляма.

 **Реакція з аніліном і піридином**. В пробірку вносять 2-3 мл розчину досліджуваної речовини в бензені, додають 5 крапель аніліну і 2 краплі 0.1 н розчину калій гідроксиду в метиловому спирті. Пробірку поміщують на 15 с на киплячу водяну баню, потім вносять в неї 1 мл піридину і знову пробірку поміщують на 10 с на киплячу водяну баню. Вміст пробірки перемішують. За наявності гептахлору в пробі через 1-3 хв розчин набуває темно-зеленого забарвлення.

 **Фосфорвмісні отрутохімікати**

**Холінестеразна проба.** Беруть дві порцелянові чашки. В одну вносять краплю індикаторної суміші, краплю розчину фосфоровмісної органічної сполуки і через 10 хв краплю розчину ацетилхоліну. При цьому забарвлення розчину не змінюється. Це свідчить про затримку розкладання ацетилхоліну ацетилхолінестеразої сироватки, що входить до складу індикаторної суміші. В другу порцелянову чашку вносять краплю індикаторної суміші і краплю розчину ацетилхоліну (не додаючи фосфорвмісної органічної сполуки). Через декілька хвилин синє забарвлення розчину переходить в жовте. Зміна забарвлення рідини в другій порцеляновій чашці і відсутність зміни забарвлення в першій чашці вказує на наявність фосфорвмісної органічної сполуки (інгібітору холінестерази) в досліджуваній пробі.

**Виявлення Фосфору у фосфорвмісних отрутохімікатах**

 Об'єктами хіміко-токсикологічного аналізу можуть бути не тільки органи трупів і біологічні рідини, але і отрутохімікати у вигляді порошків, розчинів, емульсій і т.д. Перш ніж приступити до аналізу відповідних об'єктів на наявність отрутохімікатів, необхідно встановити приналежність їх до певного класу хімічних сполук. 53 Для встановлення приналежності досліджуваних речовин до фосфоровмісних органічних сполук проводять холінестеразну пробу і визначають наявність фосфору в цих сполуких. Щоб визначити наявність фосфору в досліджуваних сполуких спочатку їх піддають мінералізації. Потім в мінералізатах визначають сполуки фосфору за допомогою відповідних реакцій. **Мінералізація фосфорвмісних органічних сполук**. Для цієї мети може бути використано декілька методів: метод мінералізації кальцій оксидом, сумішшю концентрованих сульфатної і азотної кислот, сумішшю натрій карбонату і натрій пероксиду та інші методи. Нижче описаний один з цих методів.

 **Мінералізація натрій карбонатом і натрій пероксидом**. В тигель вносять 0.2-0.3 г суміші, що складається з двох частин безводого натрій карбонату і п'яти частин натрій пероксиду, і 0.005-0.010 г досліджувані речовини. Якщо на дослідження поступають розчини фосфорвмісних органічних сполук або витяжки з відповідних об'єктів, то до суміші натрій карбонату і натрій пероксиду додають декілька крапель досліджуваної рідини. Тигель обережно нагрівають до випаровування рідини. Після цього нагрівання тигля підсилюють і нагрівають його до тих пір, поки не розплавиться суміш. Потім тигель охолоджують, його вміст переносять в невелику порцелянову чашку, додають трохи натрій карбонату і 10 мл води. Отриману суміш добре розтирають і фільтрують. Залежно від складу досліджуваної речовини в мінералізатах можуть бути фосфати, арсенати, сульфати і галогеніди. Для виявлення фосфору фосфат-іони, що утворилися, переводять в молібденову синь. Цій реакції заважає наявність арсенатів в розчині. Для видалення арсенатів мінералізат підкислюють хлоридною кислотою до рН = 0.5. Потім пропускають гідрогенсульфід. За наявності арсенатів випадає жовтий осад (або утворюється муть) арсен сульфіду, який фільтрують. Фільтрат використовують для виявлення фосфат-іонів.

**Виявлення фосфат-іонів**. В пробірку вносять 3-5 крапель мінералізату (вільного від арсенатів) і додають 5 крапель розчину амоній молібдату. Суміш підкислюяють 10 % розчином нітратної кислоти. За наявності фосфатіонів з'являється жовте забарвлення. До цього розчину додають 3-5 крапель насиченого водного розчину бензидин гідрохлориду. Потім додають 10 % розчин амоніаку до лужної реакції (по лакмусу). За наявності фосфат-іонів в мінералізаті з'являється синє забарвлення.