

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

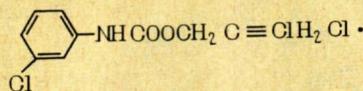
УДК 614.72:632.95-074

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБИНА В ВОЗДУХЕ

М. А. Клисенко, Л. Г. Александрова

Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний

В последние годы карбин получил широкое распространение как гербицид в борьбе с овсягом в посевах пшеницы и ячменя, для последовательной обработки льна, сахарной свеклы, гороха и бобов. Действующим началом карбина является 4-хлорбутин-2-ил-N-хлорфенил-карбамат (барбан):



Его молекулярный вес 258,11. Барбан — кристаллическое вещество белого цвета с температурой плавления 76—78°. В воде растворяется плохо (0,0011% при 25°), хорошо растворим в спирту, эфире, ксилоле, толуоле и бензоле (М. Н. Мельников).

Карбин представляет собой концентрат, содержащий 11,8—12,5% действующего начала, остальное — растворитель, эмульгатор и антикоррозийное вещество. В связи с тем что карбин токсичен для человека и теплокровных животных (Г. А. Войтенко и др.), возник вопрос о разработке методов определения его в воздухе с целью санитарно-химического контроля. На спектрофотометре СФ-4а сняты спектры поглощения спиртовых растворов химически чистого карбина (барбана) и технического препарата карбина (рис. 1).

Химически чистый карбин обладает максимумом светопоглощения при 278—279 мкм (рис. 1). Характер кривой спектра поглощения для технического карбина сохраняется, максимум наблюдается при длине волны 276—277 мкм, т. е. сдвинут несколько влево. Это, по всей вероятности, происходит за счет влияния наполнителей технического препарата. Спектрофотометрирование при $\lambda=278$ мкм положено в основу определения технического препарата карбина в воздухе.

Пробы воздуха отбирали путем аспирации его через аллонж, заполненный обезжиренной ватой, и поглотитель с этиловым спиртом. Поглотитель использовали для поглощения паров препарата. Воздух протягивали со скоростью 0,4—0,5 л в минуту. Вату из аллонжа переносили в стаканчик, препарат из ваты извлекали 10—12 мл серного эфира. Эфир из поглотителя сливали с эфирным экстрактом из ваты, выпаривали эфир на водяной бане досуха при 40°. К сухому остатку приливали 5 мл абсолютного спирта и определяли оптическую плот-

ность на спектрофотометре СФ-4а при $\lambda=278$ мкм в кювете 9,99 мм. Количество карбина находили по калибровочному графику (рис. 2). Чувствительность определения 2 мкг.

Для поглощения аэрозолей (дым, туман, пыль) обычно применяют фильтрующие материалы — вату хлопчатобумажную, стеклянную, минеральную вату-шерсть, бумажные и мембранные фильтры, фильтры из перхлорвиниловых волокон ФПП-15, а также стеклянные пористые фильтры различных размеров (М. С. Быховская, и др.). При отборе проб воздуха для определения содержания карбина мы исследовали возможность применения фильтрующих материалов — ваты гигроскопической обезжиренной, фильтров АФА-В-18 и АФА-ХА-18. Анализ выполняли следующим образом. В ряд стаканчиков помещали исследуемый фильтр. Затем вносили определенное количество эфирного раствора технического карбина. После того как эфир улетучивался, извле-

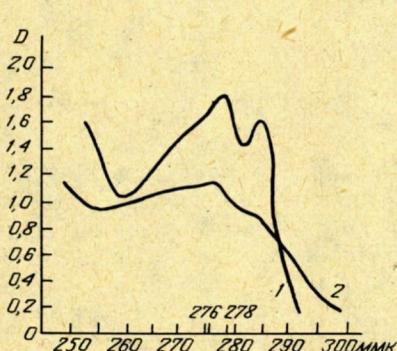


Рис. 1. Спектры поглощения спиртовых растворов карбина.
1 — химически чистого препарата, 2 — технического препарата.

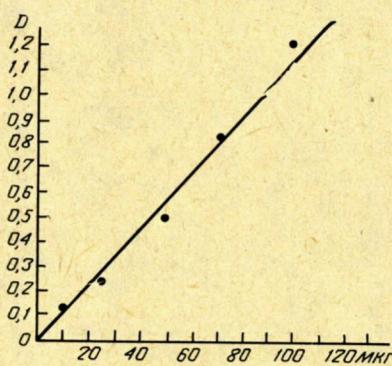


Рис. 2. Калибровочный график для определения количества карбина.

кали препарат из фильтра серным эфиrom трижды порциями по 10—12 мл. Эфир выпаривали на водяной бане при 40° досуха. К сухому остатку приливали по 5 мл абсолютного спирта и измеряли оптическую плотность на спектрофотометре СФ-4а при $\lambda=278$ мкм. Количество карбина устанавливали по калибровочной кривой.

Опыты показали, что карбин из ваты серным эфиrom извлекается практически почти полностью (80—90%). Следует заметить, что вата, используемая в качестве фильтра, должна быть тщательно обезжирена. При определении содержания карбина в воздухе спектрофотометрическим методом и по общему хлору использование фильтров АФА-В-18 и АФА-ХА-18 невозможно ввиду их растворимости в органических растворителях, которыми экстрагируется препарат, и большой оптической плотности при $\lambda=278$ мкм.

Предварительными опытами нами была исследована возможность определения карбина по общему хлору (М. А. Клисенко, Т. А. Лебедева). Процент определения карбина составил 90—92. Чувствительность определения 5 мкг в анализируемом объеме. На этом основании мы сравнивали результаты определения содержания карбина в воздухе затравочных камер спектрофотометрическим методом при $\lambda=278$ мкм и методом мокрого сжигания по общему хлору. Сравнивая полученные данные, математически обработанные (М. Л. Беленький), нам удалось установить, что среднее значение величины концентрации, определенной по общему хлору, составляет 0,00438 ($0,00394 \div 0,00482$), спектрофотометрическим методом — 0,00501 ($0,00413 \div 0,00589$).

Спектрофотометрический метод более чувствителен (позволяет обнаружить карбин не только в аллонже, но и в поглотителе). В основу колориметрических методов определения карбина положена его способность легко окисляться такими окислителями, как марганцовокислый калий и хлорамин. Но окисление марганцовокислым калием не является специфической реакцией для определения карбина, так как марганцовокислый калий — универсальный окислитель, и потому метод мало избирателен.

Известно, что карбин гидролизуется водой. Наиболее вероятным продуктом гидролиза может быть хлоранилин. Одним из наиболее простых методов определения анилина является способ, основанный на образовании индофенола, щелочной раствор которого окрашен в синий цвет (М. С. Быховская, и др.). Первичные ароматические амины и аммиак образуют такую же окраску. Бензидин и дианизидин окрашивают раствор в желтый цвет (М. В. Алексеева, А. И. Булычева). Мы применили описанный принцип метода к анализу карбина после его водного гидролиза. К определенному количеству химически чистого карбина в водном растворе приливали хлорамин Б и фенолят натрия. Затем, тщательно перемешав раствор, погружали пробирку в кипящую водяную баню и нагревали 40 мин. Появлялось характерное золотисто-коричневое окрашивание раствора. Мы исследовали оптимальные условия проведения этой реакции — температурный режим, длительность нагревания и количество окислителя. Однако применение колориметрической реакции с хлорамином Б и фенолятом натрия для установления содержания технического препарата карбина в воздухе оказалось невозможным ввиду трудной воспроизведимости калибровочной шкалы.

Значения R_f технического карбина и экстрактивных веществ фильтров

Наименование	R_{f_1}	R_{f_2}	R_{f_3}	R_{f_4}	Наименование	R_{f_1}	R_{f_2}	R_{f_3}	R_{f_4}
I Фильтр АФА-В-18 Фильтр АФА-ХА-18	0,07	—	—	0,76	IV «Свидетель» Проба	—	0,30	0,66	—
	0,07	—	—	—		—	0,30	0,64	0,92
II Фильтр АФА-В-18 «Свидетель» — технический карбин Проба	0,07	—	—	0,82	V «Свидетель» Проба »	—	0,24	0,51	—
	—	0,24	0,49	—		—	0,24	0,44	0,78
	—	0,24	0,52	0,82		—	0,25	0,53	0,8
III Фильтр АФА-В-18 «Свидетель» Проба »	0,07	—	—	0,82	VI Фильтр АФА-ХА-18 «Свидетель» Проба »	0,1	—	—	0,77
	—	0,24	0,51	—		—	0,41	0,65	—
	—	0,25	0,51	0,82		0,1	0,41	0,65	0,9
	—	0,25	0,5	0,81	—	0,08	0,42	—	0,9
					—	0,09	0,43	0,75	0,9

Проверяя возможность определения содержания карбина в воздухе с помощью тонкослойной хроматографии, мы проводили опыт следующим образом. В ряд стаканчиков помещали фильтры АФА-ХА-18 и АФА-В-18, вносили эфирные растворы карбина, соответствующие 0; 5 и 10 мкг препарата, и до 10 мл серного эфира. Через 30 мин., тщательно отжав стеклянной палочкой фильтры, эфирные экстракти слияли в пробирки и выпаривали на водяной бане порциями по 5—7 мл

при 40° до объема 0,2 мл. Эфирные экстракты наносили на пластиинки для хроматографии с тонким слоем алюминия, скрепленным гипсом. Параллельно с пробой на пластиинки наносили «свидетель» — технический препарат карбина. В качестве подвижного растворителя использовали смесь гексан-хлороформ 5:5. После подсушивания хроматограммы проявляли 2% раствором азотнокислого серебра в 25% едком натре. Затем нагревали пластиинки над электроплиткой в течение 2—4 мин. На хроматограмме проявлялись темные пятна, соответствующие карбину ($R_f = 0,24—0,43$) и экстрактивным веществам фильтров ($R_f = 0,07—0,1$ и $R_f = 0,76—0,9$). Некоторые данные представлены в таблице.

Ранее нами было установлено, что карбин при идентификации на пластиинке образует 2 темноокрашенных пятна, причем R_f пятна, находящегося ближе к старту, соответствует R_f химически чистого карбина. Другие карбаматы (севин, диптал, эптам, унден) и хлорсодержащие пестициды (гексахлорциклогексан, хлортен, гептахлор, аллипур и ДДТ) определению карбина этим методом не мешают. Чувствительность 5 мкг.

Выводы

- Предложен спектрофотометрический метод определения карбина в воздухе (чувствительность определения 2 мкг) и метод мокрого сжигания по общему хлору (чувствительность 5 мкг).
- Показана возможность определения карбина с помощью тонкослойной хроматографии. Чувствительность определения 5 мкг.

ЛИТЕРАТУРА

Алексеева М. В. Завод. лабор., 1949, № 6, с. 679.—Беленький М. Л. Элементы количественной оценки фармакологического эффекта. Л., 1963.—Быховская М. С., Гинзбург С. Л., Хализова О. Д. Методы определения вредных веществ в воздухе и других средах. Л., 1960.—Войтенко Г. А., Ляденко М. Ф., Яким В. С. Профилактика отравлений пестицидами — производными карбаминовой кислоты. Киев, 1965.—Мельников М. Н. Химия гербицидов и регуляторов роста растений. М., 1962.—Новые инсектофунгициды и гербициды. М., 1960, с. 187.—Клисенко М. А., Лебедева Т. А. Методическое письмо об определении хлорограннических пестицидов в воздухе, пищевых продуктах и биологических средах. Киев, 1962.

Поступила 26/VI 1966 г.

УДК 614.777:576.851.48:543.39

К МЕТОДИКЕ УСКОРЕННОГО ОБНАРУЖЕНИЯ КИШЕЧНОЙ ПАЛОЧКИ В ВОДЕ ПРИ ПОМОЩИ РАДИОИЗОТОПА С¹⁴

Л. Е. Корш, В. Ф. Жевержеева, С. Г. Егорова

Институт общей и коммунальной гигиены им. А. Н. Сысина АМН СССР, Москва

Современные достижения физики, химии, биологии позволяют значительно ускорить бактериологический анализ. Проведенные в последние годы эксперименты свидетельствуют об успешном использовании радиоактивных изотопов в микробиологии и иммунологии. Значение изотопных индикаторов в исследовании биохимических процессов, происходящих в бактериальных клетках, уже отмечалось (М. Н. Мейсель, и др.).

В 1956 г. Levin и соавторы применили радиоактивный углерод (С¹⁴) для контроля зараженности воды бактериями группы кишечной палочки. Используя современную чувствительную радиометрическую