

SANITARY VIROLOGICAL AND BACTERIOLOGICAL FEATURES OF THE SEWAGE AND SOIL IN THE SUBURBS OF KIEV

L. V. Grigorieva, G. I. Korchak, V. I. Bondarenko T. V. Bey

The investigation findings obtained point to the wide distribution of certain enteroviruses, pathogenic *Escherichia* and *Coli* phage in the sewage of Kiev and to their possible presence in the sludge and irrigated soil. Enteroviruses, mainly viruses Coxsackie A4, A9 and B4, ECHO 1, 2 and 19 were recovered from 50.9 per cent of sewage samples examined and the pathogenic *Escherichia* — from 2.6 per cent of samples. From 46 samples of sludge 3 strains of enteroviruses and one strain of pathogenic *Escherichia* were isolated. From 60 samples of soil 9 strains of enteroviruses were recovered. *Coli* phages were present in all of the samples containing enteroviruses. Pathogenic *Escherichia* and viruses survived in the sludge for 10–30 days and in case of mesophilic and thermophilic fermentation they survived from several hours up to two months.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

УДК 614.715:546.34]-074

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИТИЯ В ВОЗДУХЕ

М. С. Быховская, Р. Н. Македонская

Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, Москва

В связи с изучением условий труда в производстве и при обработке магний-литиевых сплавов возникла необходимость в определении в воздухе лития в присутствии магния и алюминия. Для исследования лития в рудах, минералах, сплавах и др. широко применяют метод пламенной фотометрии (Н. С. Полуэктов с соавторами; Strange; Kassner с соавторами; Liebig и Bredenhorst). В качестве цветных реагентов В. И. Кузнецов рекомендует ряд окрашенных гидроксилсодержащих соединений, которые в щелочной среде образуют с литием такие окрашенные соединения. По чувствительности и контрастности получаемых окрасок автор на первое место выдвигает реактив торон. При взаимодействии с ионом лития окрашенный раствор реагента изменяет свою окраску от оранжевой к желтой.

На основе реагента торона А. В. Николаев и А. А. Сорокина разработали количественный метод определения лития. Колориметрирование проводят визуально путем сравнения окрасок со шкалой стандартов. Thomason разработал условия для фотометрического определения лития с реагентом тороном.

В. М. Дзиомко с соавторами описали метод определения лития с хиназолиназо. Позднее они синтезировали новый реагент для определения лития — нитроантранилазо.

Для анализа лития в воздуха И. И. Пауль и А. П. Вайсбурд описали метод, основанный на реакции изучаемого элемента с периодатом калия. М. И. Полетаев применил ту же реакцию, но определяет литий путем измерения степени мутности растворов полученного комплекса феррипериодата лития и калия. Ряд работ посвящен исследованию лития полярографическим методом (Zlotowski и Kolthoff; Shöber и Gutmann; А. А. Резников и А. С. Стярик-Самгина).

В связи с тем что все щелочные металлы восстанавливаются на ртутно-капельном катоде при весьма отрицательных потенциалах, в качестве фоновых электролитов применяют гидроокиси или соли тетраалкиламмония, имеющие более отрицательный потенциал восстановления, чем ионы щелочных металлов. Г. С. Супин, подробно изучив особенности полярографии щелочных металлов в водных и водно-этанольных растворах, установил, что на форму полярографической волны и чувствительность определения лития существенно влияет чистота фонового электролита. При работе в водно-этанольных растворах требование к чистоте реактивов несколько снижается. В качестве электролита изучено основание тетраметил- и тетраэтиламмония.

Мы стремились подобрать наиболее приемлемый реагент для определения лития в присутствии магния и алюминия. Для исследований был использован химически чистый нитрат лития, из которого готовили стандартные растворы с содержанием лития 10 и 100 мкг/мл. При проверке метода М. И. Полетаева установлено, что магний и алюминий уже в количестве 10 мкг в анализируемом объеме раствора мешают установлению лития.

Затем были испытаны торон и нитроантранилазо. Оказалось, что по чувствительности и избирательности определения лития в присутствии магния и алюминия нитроантранилазо имеет преимущество перед тороном. Чувствительность определения лития с тороном равна 1 мкг, а с нитроантранилазо — 0,3 мкг в анализируемом объеме раствора. Мешающие действия магния и алюминия больше сказываются при работе с тороном.

В связи с этим дальнейшие исследования мы проводили с нитроантранилазо. Разработаны следующие оптимальные условия анализа. К 1,5 мл водного раствора, содержащего 0, 0,3, 0,5, 1... и 4 мкг лития, добавляют 0,2 мл 0,2 н. раствора едкого кали, 0,2 мл 0,074% раствора нитроантранилазо в диметилформамиде и 4,5 мл ацетона. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Через 5 мин. измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре СФ-4 при 540 нм в кювете 10 мм. Оптическую плотность раствора можно измерить и на электрофотокolorиметре, подобрав соответствующий светофильтр. При измерении на фотокалориметре ФЭК-56 применяют светофильтр № 6. Измерение проводят по отношению к контрольному раствору, но в отличие от обычного порядка измерений прибор устанавливают на 0 по исследуемому раствору, содержащему комплекс лития, а затем измеряют оптическую плотность по контрольному раствору.

При измерении на спектрофотометре оптическая плотность раствора несколько больше, чем при измерении на фотокалориметре. Как видно из рисунка, тангенс угла наклона кривой зависимости оптической плотности раствора от концентрации у 1-й кривой больше, чем у 2-й. Из того же рисунка видно, что в диапазоне концентраций лития от 0,3 до 4 мкг соблюдается закон Ламберта — Бера.

Установлена также возможность визуального измерения окрашенных растворов. Переход окраски от оранжевой в контроле к желтой в растворах, содержащих литий, хорошо различим в диапазоне концентраций его от 1 до 5 мкг в анализируемом объеме раствора.

В разработанных нами условиях определения лития присутствие до 100 мкг магния и до 50 мкг алюминия существенно не сказывается

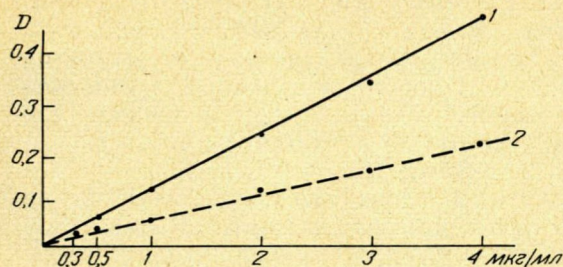


График зависимости оптической плотности раствора от концентрации лития.

1 — измерение на спектрофотометре СФ-4; 2 — измерение на фотоэлектроколориметре ФЭК-56.

раствора, в котором содержится не более 100 мкг магния. Проведенные на искусственных смесях исследования показали, что в присутствии магния и алюминия определяется от 86 до 120% лития по отношению к заданному количеству.

В связи с тем что пыль магний-литиевого сплава мало растворима в воде и хорошо растворяется в 5% соляной кислоте, возникла необходимость исследования лития в ней. Установлено, что в растворе соляной кислоты, нейтрализованной едким кали, литий не дает цветной реакции с нитроантрахиноном. После выпаривания соляной кислоты на водяной бане до нейтральной реакции и растворения остатка в дистиллированной воде получена шкала стандартов, не отличающаяся от шкалы, приготовленной непосредственно в воде.

Разработанный метод применен нами для определения лития в воздухе. В производственных условиях, при получении магний-литиевого сплава может выделяться аэрозоль конденсации магния и лития, а в некоторых случаях и алюминия. В связи с этим пробы воздуха мы отбирали на фильтр АФА-В-10. Воздух аспирировали со скоростью 15 л/мин. Аэрозоль металлов извлекали вначале 10 мл дистиллированной воды, а затем 10 мл 5% раствора соляной кислоты. В водном и солянокислом растворах исследовали литий и магний. Кроме того, в водном растворе определяли общую щелочность в пересчете на LiOH. Как правило, литий не находили в солянокислом растворе, он полностью вымывался водой. Магний изучали по реакции с титановым желтым, рекомендуемой Г. А. Кондауровой. Результаты анализа некоторых производственных проб представлены в табл. 1. Как видно из табл. 1, магний выявляется как в водном извлечении, так и при последующем извлечении соляной кислотой; общая щелочность раствора обусловлена не только растворением аэрозоля лития в воде, но и соединениями магния.

Далее мы определяли литий полярографическим методом. Работу проводили на осциллографическом полярографе ЦЛА-02А с капельнортутным катодом и насыщенным каломельным электродом. В качестве фоновых электролитов испытывали водные и водно-этанольные растворы йодистого тетраэтиламмония и основания тетрабутиламмония.

Наилучшим электролитом для изучения лития в присутствии значительно превышающего количества магния и алюминия оказалось основание тетрабутиламмония в 50% водно-этанольном растворе.

Разработаны оптимальные условия анализа лития при следующих условиях полярографирования: начальное напряжение 1,9 в, амплитуда развертки 1 в, задержка развертки 0,5 сек., скорость измерения потенциала катода 0,5 в/сек, период капания капилляра при потенциале восстановления лития 2 сек., вид полярограммы — 3-я производная, диапазон тока 3 мкА/см. Полярографирование проводят на фоне 0,1 н. раствора основания тетрабутиламмония, приготовленного в 50% водно-этанольном растворе.

на результатах анализа. При большем количестве выпадает осадок гидроокисей металлов и колориметрирование становится невозможным. Попытка предварительно отделить осадок гидроокиси магния и алюминия оказывается безуспешной. Исходя из полученных данных, мы считаем необходимым вначале установить содержание магния в растворе и взять для изучения лития такой объем исследуемого

Таблица 1

Результаты анализа
производственных проб

Li	Найдено (в мкг)			
	в пересчете на LiOH	общая щелочность в пересчете на LiOH	Mg в водном растворе	Mg в 5% ра- створе HCl
Не обна- ру- жен	—	7,5	5	1,5
То же	—	10	7,5	3
3	7,3	90	30	10
5	17	22,5	10	6
10	34,3	45	4,7	2,0
10	34,3	60	8,0	3,0
25	85,7	175	31,9	10,0
100	343	750	63,7	45,0
200	686	810	60	15

Таблица 2

Определение лития в присутствии
магния и алюминия

Взято (в мкг/мл)			Найдено	
Li	Mg	Al	мкг/мл	%
5	100	—	4,9	90
5	100	50	4	80
10	200	—	9,5	95
10	100	100	9	90
10	200	50	9	90

В этих условиях получены хорошо воспроизводимые осциллограммы, с четко очерченным началом и концом кривой. Чувствительность определения лития на этом фоне равна 3 мкг/мл. В диапазоне концентраций его от 3 до 20 мкг/мл между высотой осциллографического максимума и кон-

центрацией лития в растворе имеется линейная зависимость. Повысить чувствительность определения лития нам не удалось, так как при работе на более низких диапазонах тока фоновый электролит дает большие остаточные токи.

Потенциал полуволны фона $E_{1/2}$ равен — 2,5 в, а лития $E_{1/2}$ — 2,3 в по отношению к насыщенному каломельному элементу.

Установлено, что одновременное присутствие в растворе магния до 200 мкг/мл и алюминия до 100 мкг/мл не мешает анализу лития. При добавлении к 4,5 мл исследуемого раствора, содержащего определенное количество лития и превышающее его количество магния и алюминия, 0,5 мл 1 н. раствора основания тетрабутиламмония выпадает осадок гидроокисей магния и алюминия. После отстаивания или центрифугирования осадка полярографируют прозрачный раствор.

Некоторые данные определения лития в искусственных смесях приведены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что литий определяется на 80—95% заданного количества.

Результаты исследований позволяют рекомендовать для определения лития в воздухе фотометрический метод с реагентом нитроантранилазо, а также полярографический метод. Устанавливать общую запыленность, содержание лития и магния, а также общую щелочность можно, используя одну пробу, отобранную на производстве.

Выводы

1. Показано, что микрограммовое количество лития может быть определено с реагентом нитроантранилазо в присутствии превышающего его количества магния и алюминия. Чувствительность определения лития 0,3 мкг в анализируемом объеме раствора.

2. Разработаны условия для полярографического исследования лития в присутствии магния и алюминия. Чувствительность определения лития 3 мкг/мл.

3. Общую запыленность, содержание лития и магния, а также общую щелочность можно устанавливать, используя одну пробу, отобранную на производстве.

ЛИТЕРАТУРА

Дзиомко В. М., Зеличенко С. Л., Маркович И. С. Ж. аналит. химии, 1963, № 8, с. 937. — Они же. Труды Всесоюз. научно-исслед. ин-та химических реактивов и особо чистых химических веществ, 1966, т. 29, с. 274. — Кондаурова Г. А. В кн.: М. С. Быховская и др. Методы определения вредных веществ в воздухе. М., 1966, с. 163. — Кузнецов В. И. Ж. аналит. химии, 1948, № 2, с. 295. — Николаев А. В., Сорокина А. А. Докл. АН СССР, 1951, т. 77, № 3, с. 427. — Полетаев М. И. Гиг. и сан., 1956, № 9, с. 84. — Полуэктов Н. С., Кононенко Л. И., Никонова М. П. Ж. аналит. химии, 1957, № 1, с. 10. — Полуэктов Н. С., Никонова М. П., Гризайд С. Э. Завод. лабор., 1960, № 2, с. 161. — Резников А. А., Стярик-Самгина А. С. Труды Всесоюз. конференции по аналитической химии. М.—Л., 1943, т. 2, с. 559. — Супин Г. С. Ж. аналит. химии, 1963, № 3, с. 318. — Kassner J. L., Benson V. M., Greitz E. E., *Analyt. Chem.*, 1960, v. 32, p. 1151. — Liebig J., Bredenhorst H., *Analytica chim. Acta*, 1961, v. 24, p. 573. — Thomson P. F., *Analyt. Chem.*, 1956, v. 28, p. 1527. — Shöber G., Gutmann V., *Mikrochim. Acta*, 1958, № 3, S. 319. — Strange E. E., *Analyt. Chem.*, 1953, v. 25, p. 650. — Zlotowski I., Z. Kolthoff I. M., *Ind. Eng. Chem. Analyt. Ed.*, 1942, v. 14, p. 473.

Поступила 6/III 1967 г.

УДК 628.31:665.5]:543

ОПРЕДЕЛЕНИЕ 1,2-БЕНЗАНТРАЦЕНА В СТОЧНЫХ ВОДАХ НЕФТЕХИМИЧЕСКИХ ПРОИЗВОДСТВ

К. П. Ершова, И. М. Минц

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

Изучение бластомогенных веществ во внешней среде — одна из актуальнейших проблем коммунальной гигиены. Ряд исследователей (П. П. Дикун и А. В. Махиненко; И. А. Велдре с соавторами; С. Н. Черкинский с соавторами, и др.) указывает на возможность загрязнения водоемов канцерогенными веществами, вносимыми со сточными водами сланце-, коксо- и нефтехимической промышленности. Авторы определяли в сточных водах и водоемах 3,4-бензипирен — наиболее часто встречающееся во внешней среде канцерогенное вещество, которое в известной мере служит индикатором содержания и других полициклических ароматических углеводородов. Сведений об обнаружении в сточных водах нефтехимических производств и в водоемах каких-то других канцерогенов, кроме 3,4-бензипирена, мы не встречали. Vorneff, изучая ил с фильтров и центрифугаты воды Рейна, выявил ряд канцерогенных веществ: 3,4-бензипирен, 3,4-бензфлуорантен, 9,10-бензфлуорантен, 1,2-бензантрацен (1,2-БА) хризен и индопирен.

Мы исследовали сточные воды московского завода «Нефтегаз» и опытного завода Всесоюзного научно-исследовательского института нефтяной промышленности на содержание полициклических ароматических углеводородов канцерогенного действия. Выделенные из этих вод путем экстракции органическим растворителем вещества подвергали хроматографии на пластинке в незакрепленном слое окиси алюминия. Фракции выделяли при освещении ртутно-кварцевой лампой ПРК-4 и элюировали серным эфиром. После испарения эфира осадок растворяли в н-октане и спектр флуоресценции фотографировали на спектрографе ИСП-51 при температуре жидкого азота.

В ряде фракций обнаружены спектральные линии, которые мы попытались расшифровать. В тех же условиях сфотографированы спектры флуоресценции ряда полициклических ароматических углеводородов: 1,2-бензипирена, 9,10-диметилбензантрацена, 1,2-БА и др. При сравне-