

Выводы

1. Фотоколориметрический метод определения фенилгидразина в воздухе основан на окислении его до фенола и последующем определении фенола по реакции с пирамидоном в щелочной среде в присутствии окислителя персульфата аммония. Чувствительность метода 1 мкг в объеме 3,8 мл.

2. Сернистый газ в концентрации до 0,5 мг в исследуемом объеме не мешает определению фенилгидразина.

ЛИТЕРАТУРА

Ванаг Г. Я., Мацканова М. А. Ж. аналит. химии, 1957, т. 13, в. 1, с. 149. — Каплин В. Т., Фесенко Н. Т., Бабешкина З. М. В кн.: Гидрохимические материалы. М., 1963, т. 35, с. 207. — Кульберг Л. М., Черкесов А. И. Ж. аналит. химии, 1951, т. 6, в. 6, с. 364. — Файгль Ф. Капельный анализ органических веществ, 1962, с. 549. — Feigl F., Ben-Dor L., Talanta, 1963, v. 10, p. 1111. — Weakly F. B., Ashby Lonise M., Mehlretter C. L., Microchim J., 1963, v. 7, p. 185.

Поступила 19/VIII 1966 г.

УДК 615.778.3-034:611.6+616.634.95:615.778.3]-074

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛНИТРОФОСА В МОЧЕ

Канд. биол. наук Г. А. Хохолькова

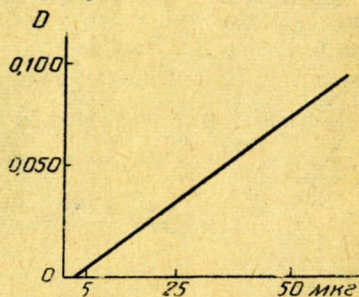
Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний

Метилнитрофос (метильный аналог хлортиона, сумитион, Байер 41381, фолитион) — перспективный ядохимикат, относящийся к группе фосфорорганических пестицидов со средней токсичностью. С диагностической целью важно проводить определение в моче метилнитрофоса (МНФ) и п-нитрофенола (п-НФ), образующегося при интоксикации МНФ.

Для определения МНФ 15—20 мл мочи помещают в делительную воронку емкостью 50 мл, приливают 25—30 мл эфира, а затем ядохимикат экстрагируют в течение 15—20 мин. при постоянном встряхивании. Эфирный слой сливают в колбочку емкостью 50 мл. Экстракцию МНФ проводят дважды, добавляя второй раз 20 мл эфира. Эфирные растворы объединяют вместе и сушат над натрием сернокислым безводным, добавляя последний в количестве 1,5—2 г. Эфир осторожно сливают в сухую пробирку и выпаривают (по частям) досуха на водяной бане при 40°. К сухому остатку приливают 2,5 мл 0,1 н. раствора едкого натра, нагретого до 70°, и пробы кипятят 20 мин. При наличии метилнитрофоса пробы окрашиваются в желтый цвет. Концентрацию ядохимиката определяют по калибровочному графику, для построения которого из химически чистого МНФ, трижды промытого 1% раствором бикарбоната натрия, готовят стандартный раствор с содержанием в 1 мл эфирного раствора 0,1 мг вещества. В ряд пробирок вносят 0, 0,05, 0,1, 0,2... 1 мл стандартного раствора, что соответствует 0, 5, 10... 100 мкг метилнитрофоса. Растворитель удаляют досуха и далее поступают так, как описано выше. При колориметрировании проб с помощью фотоэлектроколориметра в качестве компенсирующей жидкости используют «контрольный» раствор, полученный после обработки проб мочи, не содержащей МНФ. Калибровочный график для определения МНФ в моче представлен на рисунке. Чувствительность метода 0,005 мг вещества в пробе. Точность определения $79,6 \pm 3,6\%$.

Выявлено, что определению мешает п-НФ, который исследуют этим же методом, причем чувствительность и точность метода анализа п-НФ значительно выше метода изучения метилнитрофоса. Чувствительность определения п-нитрофенола 0,0005 мг в пробе, точность метода $96,8 \pm 2,93\%$. Таким образом, при совместном присутствии МНФ и п-НФ они будут определяться суммарно. Для их раздельного исследования использовали хроматографию на бумаге, описанную В. А. Филовым. Разделение МНФ и п-НФ проводят на хроматографической бумаге марки Б. Пробы мочи экстрагируют эфиром. Затем эфир упаривают до небольшого объема и количественно наносят на хроматографическую бумагу. Хроматограммы погружают в камеры на $5\frac{1}{2}$ —6 часов (до достижения подвижным растворителем линии фронта). В качестве подвижного растворителя используют н-бутиловый спирт и аммиак в отношении 10:3. Хроматограммы сушат в сушильном шкафу 5 мин. при 100° , проявляют раствором диэтанолamina (2,5 мл его растворяют в 250 мл воды) и вновь сушат 5 мин. при 100° . При наличии МНФ и п-НФ на хроматограммах проявляются 2 желтых пятна, имеющих соответствующие R_f .

Значения R_f метилнитрофоса и п-нитрофенола при нанесении на бумагу веществ как раздельно, так и в смеси представлены в таблице.



Калибровочный график для определения метилнитрофоса в моче.

На оси абсцисс — концентрация метилнитрофоса (в мкг); на оси ординат — D — оптическая плотность.

Значение R_f метилнитрофоса и п-нитрофенола при нанесении веществ раздельно и в смеси (1:1)

Нанесено вещество				Нанесено вещество			
МНФ	п-НФ	смесь		МНФ	п-НФ	смесь	
значение R_f				значение R_f			
МНФ	п-НФ	МНФ	п-НФ	МНФ	п-НФ	МНФ	п-НФ
0,82	0,61	—	0,57	0,87	0,59	0,82	0,64
0,83	0,58	0,84	0,62	0,89	0,57	0,82	0,58
0,77	0,61	—	0,63	0,91	0,59	0,80	0,62
0,79	0,61	0,82	0,61	0,93	0,58	0,83	0,57
—	0,59	—	0,59	0,87	0,66	0,85	0,56
0,77	0,54	0,75	0,54	0,89	0,60	—	—
0,80	0,65	0,79	0,62	0,88	0,58	—	—
—	0,67	0,82	0,66	0,86	0,61	0,85	0,62
0,81	0,63	0,78	0,65				
0,80	0,63	0,75	0,67				
0,87	0,68	0,85	0,75				
—	—	0,79	0,70	0,84	0,61	0,82	0,62

Из таблицы видно, что R_f метилнитрофоса 0,84, R_f п-нитрофенола 0,61. При совместном присутствии обоих веществ они будут исследоваться раздельно. Этим методом может быть определено 0,005 мг метилнитрофоса и 0,0005 мг п-нитрофенола в моче.

Количественно МНФ или п-НФ может быть установлен путем извлечения веществ из хроматограммы горячим 0,1 н. раствором едкого натра. Для этого вырезают окрашенные участки хроматограммы, помещают в пробирку и заливают 2,5 мл горячего 0,1 н. раствора едкого натра. Экстрагируют исследуемые вещества в течение 5 мин. при постоянном встряхивании, осторожно сливают в другую сухую пробирку, кипятят в течение 20 мин. и колориметрируют, используя в качестве компенсаци-

рующей жидкости «контрольный» раствор, полученный после встряхивания 2,5 мл горячего 0,1 н. раствора едкого натра с чистыми кусочками хроматографической бумаги. Концентрацию веществ устанавливают по калибровочному графику.

Точность определения МНФ и п-НФ методом хроматографии на бумаге достаточно высока и составляет в первом случае $90,5 \pm 6,38\%$ и во втором — $97,1 \pm 5,34\%$.

ЛИТЕРАТУРА

Ф и л о в В. А. Определение ядохимикатов в биологических субстратах. М.—Л., 1964.

Поступила 24/IX 1966 г.

УДК 614.31:678.746

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТИРОЛА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПРИ САНИТАРНО-ХИМИЧЕСКОМ ИССЛЕДОВАНИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОЛИСТИРОЛА

Канд. биол. наук М. И. Крылова, Л. А. Лунева

Московский научно-исследовательский институт гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана

Метод определения стирола, широко используемый сейчас в санитарно-гигиенической практике и, в частности, при санитарно-химическом исследовании изделий из пластмасс, основан на нитровании вещества до β -нитростирола с последующим колориметрическим определением его в щелочной среде по желтому окрашиванию. Метод неспецифичен и требует проведения длительных и трудоемких операций.

В литературе нам не удалось найти данных о спектрофотометрическом методе определения стирола при санитарно-химических исследованиях изделий из полистирола. Растворы стирола в спирту и н-гексане в концентрациях 0,4—10 мкг/мл подчиняются закону Бера (А. Гиллем и Е. Штерн; М. Д. Манита, и др.).

Стирол, с которым мы проводили работу, имел плотность 0,905 г/мл и содержал 99,66% этого продукта. В качестве растворителя был использован чистый н-гексан. Оптическую плотность раствора стирола в н-гексане различной концентрации измеряли в интервале длин волн 230—300 мкм, на спектрофотометре СФ-4А, в кювете с толщиной слоя 1 см. Эталонном служил н-гексан. Полученные нами данные представлены графически на рис. 1. Как видно из рис. 1, для всех концентраций максимальное светопоглощение наблюдается в интервале длин волн 243—248 мкм. Чувствительность определения 0,4 мкг/мл, ошибка определения 8%. Калибровочный график для определения стирола в н-гексане (рис. 2) дает прямолинейную зависимость величины оптической плотности от концентрации.

При санитарно-химическом исследовании изделия из пластмасс обрабатывают модельными растворами, в том числе водой, которые затем подвергают исследованию. В связи с этим было проведено определение стирола, искусственно внесенного в воду.

Стирол из воды извлекали н-гексаном по прописи, предложенной Л. А. Штуковской. В делительную воронку вносили 100 мл воды, добавляли определенное количество стандартного раствора стирола и дважды экстрагировали 10 мл н-гексана. Вначале добавляли 6 мл н-гексана и экстрагировали 3 мин., а затем добавляли еще 4 мл н-гексана и снова экстрагировали 3 мин. После полного разделения жидкостей сливали