

Выводы

1. Колориметрическая реакция галоидоорганических соединений с пиридином и щелочью пригодна для анализа Ф-22 в воде. Определяемый минимум составляет 2 мкг Ф-22 в пробе (или 0,2 мг/л). Но ее не рекомендуется использовать для анализа Ф-12 в воде, так как на окраску сильно влияют сопутствующие примеси.

2. Для анализа Ф-12 в воде разработан метод, основанный на выдувании его из воды и сжигании в кварцевой трубке над платиновой сеткой с последующим колориметрированием фтор-иона. Диапазон анализа 4—280 мг/л.

ЛИТЕРАТУРА. Быховская М. С., Гинзбург С. Л., Хализова О. Д. Методы определения вредных веществ в воздухе и других средах. М., 1961, с. 103. — Они же. Методы определения вредных веществ в воздухе. М., 1966, с. 374. — Киселева Е. К. Анализ фторсодержащих соединений. М.—Л., 1966. — Коренман И. М. Фотометрический анализ. М., 1970, с. 99. — Перегуд Е. А., Быховская М. С., Гернет Е. В. Быстрые методы определения твердых веществ в воздухе. М., 1970, с. 187. — Саламон Г. С., Попелковская М. В. Гиг. и сан., 1970, № 4, с. 65. — Аокси Тосио, Оканти Томотоси, Оти Тадаси. Bull. Soc. Sea Water Sci. Jap., 1968, v. 22, p. 199.

Поступила 18/1 1972 г.

УДК 616.632.74-074

С. Е. Креймер, М. Л. Рахлина, А. В. Стогова (Мончегорск)

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИКЕЛЯ В МОЧЕ

В предлагаемом методе никель в моче определяется прямым колориметрированием без предварительного отделения кальция, который удерживается в растворе в виде прочного комплексного соединения прибавлением трилона Б (Р. Пршибил). Для повышения чувствительности при колориметрировании слабо окрашенных растворов применен метод колориметрирования с перестановкой образца (М. И. Булатов, И. П. Калинин). Опробовано 3 способа разрушения органических веществ в моче — смесью азотной и серной кислот, смесью азотной и хлорной кислот, смесью азотной кислоты и пергидроля. Наиболее быстро и полно органические вещества разлагаются при обработке пробы мочи в колбе с воронкой смесью азотной кислоты и пергидроля при нагревании.

Для выяснения возможности колориметрирования проб мочи по графику, построенному на водных растворах, был многократно построен график с введением стандартного раствора никеля в мочу и проведением его через все стадии анализа. Оба графика совпадают.

Проверено влияние солевого состава мочи на увеличение оптической плотности при колориметрировании. Для этого 100 мл мочи обрабатывали, как описано в ходе анализа, исключив операцию введения раствора диметилглиоксима. Точно также был проверен холостой опыт на реактивы. Измерение оптической плотности полученных растворов проводили, как описано в ходе анализа. Раствором сравнения служила дистиллированная вода. Солевой состав мочи практически не дает увеличения оптической плотности при колориметрировании. Поэтому в дальнейшем при измерении оптической плотности исследуемых растворов нулевым раствором служил холостой опыт на содержание никеля в реактивах, проведенный одновременно с пробой мочи через все стадии анализа.

100 мл мочи помещают в плоскодонную колбу емкостью 250 мл, приливают 15 мл азотной кислоты и выпаривают под воронкой на песчаной бане до влажных солей (не пересушивать!). Прибавляют 15 мл пергидроля пор-

циями по 5 мл и выпаривают содержимое колбы до получения белого осадка. Обмывают стенки колбы водой и снова выпаривают досуха. Приливают 3 мл раствора соляной кислоты (1:3), 10 мл воды и растворяют соли при нагревании.

Растворы фильтруют в мерную колбу емкостью 100 мл, промывая фильтр горячей водой. К фильтрату прибавляют в строгой последовательности 2 мл 20 % раствора сегнетовой соли, 2 мл 1 % спиртового раствора йода, 2 мл 1 % спиртового раствора диметилглиоксима, 25 мл 20 % раствора соды, 5 мл 8 % раствора трилона Б (если муть не исчезает, то количество трилона увеличивают), доводят объем в колбе водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность полученного раствора на фотокolorиметре с синим светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм.

Раствором сравнения служит холостой опыт на содержание никеля в реактивах, проведенный через все стадии анализа.

Колориметрирование ведут следующим способом: на пути левого светового потока устанавливают кювету с холостой пробой, а на пути правого светового потока кювету с анализируемой пробой и устанавливают стрелку гальванометра на нулевое деление шкалы. Затем кюветы с растворами меняют местами и с помощью левого измерительного барабана снова ставят стрелку гальванометра на нулевое положение. Отсчет ведут по левому барабану.

Количество никеля в пробе находят по калибровочному графику, для построения которого в мерные колбы емкостью 100 мл отбирают 1, 2, 3, 4, 5 мл и т. д. (до 10 мл) стандартного раствора, содержащего 1 мкг никеля в 1 мл, прибавляют все реактивы, начиная с сегнетовой соли, и далее поступают, как описано в ходе анализа. В качестве раствора сравнения при колориметрировании используют раствор с нулевым содержанием никеля. По полученным значениям оптических плотностей строят калибровочный график.

ЛИТЕРАТУРА. Булатов М. И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим и спектрофотометрическим методам анализа.

Поступила 2/1 1973 г

УДК 613.481-073.093-71:53.087.92

Проф. И. Д. Карцев, канд. физ.-мат. наук М. Б. Фридзон, канд. мед. наук С. А. Полевский

ЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ДАТЧИК ПОДОДЕЖНОЙ ВЛАЖНОСТИ ПОВЫШЕННОЙ ТОЧНОСТИ

Институт гигиены детей и подростков Министерства здравоохранения СССР, Москва

Электрические гигрометрические датчики (ЭГД) перспективны для гигиенических исследований из-за их малого веса и объема, небольшой стоимости, электрического выхода и малой инерционности.

К классу ЭГД относятся датчики, имеющие чувствительный элемент, изготовленный из гигроскопического материала, который при измерениях влажности находится в гигротермическом равновесии с контролируемым газом. Выходной величиной ЭГД является тот или иной электрический параметр. Основными ЭГД являются электролитические хлористолитиевые непогреваемые и подогреваемые, угольные, полиэлектролитические, керамические, оксидно-алюминиевые, кварцевые и ряд других (М. А. Берлинер). Показания этих датчиков служат функцией относительной влажности или точки росы, точность не хуже $\pm 3\%$ относительной влажности, а постоянная времени не превышает 10 сек.