

Алексеева М. В. Завод. лаборатория, 1940, № 5, стр. 632. — Бойкина Б. С. Там же, 1950, № 9, стр. 1400. — Гронсберг Е. Ш. Сан. и гиг., 1958, № 1, стр. 77. — Кузьмина Е. И. В кн.: Сборник работ по санитарно-промышленной химии. Л., 1940, стр. 36 и 50. — Степанов А. В. Судебная химия. М.—Л., 1939, стр. 74. — Туркельтауб Н. М., Чемоданова Л. С. Завод. лаборатория, 1956, № 12, стр. 1406.

Поступила 22/V 1959 г.

☆☆☆

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЙОДА В ВОДЕ

Кандидат медицинских наук Г. В. Новиков

Из Ленинградского института усовершенствования врачей имени С. М. Кирова

Наибольшее распространение в СССР получило определение йода в воде по методу Фелленберга, модифицированному М. А. Драгомировой. Однако этот метод отличается громоздкостью, ограничивает проведение массовых исследований и создает предпосылки для потерь йода на стадии сжигания и экстракции.

Отработанная нами методика обобщает и дополняет ряд предложений, сделанных отечественными и зарубежными авторами [П. Кирк, М. А. Драгомирова, Е. Н. Беляева, А. А. Резников, В. Г. Голубев и Л. А. Штуковская, М. И. Каргер, Гросс (Gross), Таурог (Tayrog)].

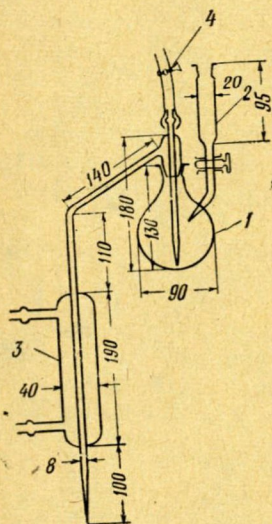
В основном разработанный нами способ определения складывается из следующих стадий: 1) концентрация предварительно подщелоченной пробы упариванием; 2) обработка сконцентрированной пробы марганцовокислым калием в кислой среде, связывание избытка марганцовокислого калия щавелевой кислотой, отгонка свободного йода при температуре кипения и улавливание его 1% раствором едкого натра; 3) окисление йодида натрия в отгоне раствором марганцовокислого калия до йодата и связывание избытка окислителя; 4) титрование выделившегося йода в присутствии крахмала 0,001 н. раствором тиосульфата натрия.

Окисление пробы и отгонку йода удобно вести в видоизмененном аппарате Е. Н. Беляевой.

Аппарат состоит из двух частей (см. рисунок):

1) колба 1 на 250 мл с впаянной в стенку капельной воронкой 2 на 25 мл и горловиной, которая при помощи шлифа соединяется с холодильником; 2) холодильник 3, отводящая трубка

которого оттянута, а приемная часть при помощи шлифа соединяется с колбой. Через приемную часть проходит стеклянная трубка, нижний оттянутый конец которой находится у дна колбы, а на верхний плотно насаживается отрезочек резиновой трубки, перекрываемый винтовым зажимом 4. Наличие этой трубки предотвращает засасывание отгона обратно в колбу при прибавлении восстановителя.



Аппарат для окисления пробы и отгонки йода (Е. Н. Беляевой).

На стадии разложения образца и отгонки йода целесообразно для нагревания аппарата применять колбонагреватель мощностью в 200 W, что обеспечивает постоянную и подходящую температуру опыта.

Выпаривают 3—8 л воды при подщелачивании поташом до возможно малого объема в колбе емкостью 3—5 л. Затем подготавливают прибор для отгонки йода.

Под нижний конец форштосса прибора наклонно подставляют коническую колбочку на 100 мл, в которую вводят 3 мл 1% раствора едкого натра. Кончик форштосса должен быть погружен в раствор. Колбу прибора присоединяют к холодильнику. Шлиф должен быть аккуратно смазан вазелином. Верхний отвод закрывают зажимом и вводят через капельную воронку 20 мл 6% раствора марганцовокислого калия и затем влажный остаток от упаривания исследуемой воды. Колбу, в которой производили упаривание воды, обрабатывают двумя порциями 70% серной кислоты по 25 мл. Обе порции серной кислоты переводят в колбу прибора. Стенки капельной воронки аккуратно обмывают 10 мл дистиллированной воды (двойной перегонки), которые также прибавляются к остатку и реактивам в колбу прибора. Капельную воронку закрывают и колбу прибора нагревают до кипения жидкости. Кипячение продолжают 20 минут. Затем нагревание прекращают, открывают верхний отвод и через капельную воронку осторожно по каплям прибавляют 25 мл 10% щавелевой кислоты, закрывают капельную воронку и верхний отвод и сразу же подводят и включают колбонагреватель. Жидкость кипятят еще 25 минут.

В результате проделанной обработки в колбочке-приемнике собирается примерно 40 мл отгона, содержащего йод, извлеченный из упаренной пробы воды в виде йодида. Отгон, содержащий йодид натрия, упаривают на водяной бане до объема приблизительно 5 мл и вводят в раствор аккуратно 2 капли 0,2 н. раствора марганцовокислого калия. Колбочку ставят на 5 минут на водяную баню при 70—80°. Если жидкость обесцвечивается или буреет, снова прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до розовой окраски. Через 5 минут в жидкость прибавляют 10 капель раствора серной кислоты и колбочку выдерживают на бане еще 5 минут. Если окраска исчезнет или станет бурой, вновь по каплям прибавляют 0,2 н. раствор марганцовокислого калия.

Далее колбочку извлекают из бани. В жидкость прибавляют одну каплю 0,75 н. раствора нитрита натрия. Жидкость аккуратно перемешивают до обесцвечивания. Затем прибавляют еще одну каплю нитрита натрия и, покачивая колбочку, обмывают ее стенки примерно на $\frac{2}{3}$ высоты. Стенки колбочки аккуратно обмывают 2—3 мл дистиллированной воды (двойной перегонки). Далее в колбочку прибавляют 2 капли 5 м. раствора мочевины, жидкость взбалтывают энергично в течение 2—3 минут. К концу взбалтывания в растворе не должно наблюдаться выделения мелких пузырьков. После обработки мочевиной жидкость охлаждают до температуры приблизительно 10°. После охлаждения в жидкость прибавляют 2 капли 0,2% раствора йодида калия и 2 капли свежеприготовленного 1% раствора крахмала. Жидкость перемешивают и оставляют на 20 минут в темном месте. Определение йода производится объемным или колориметрическим методом.

При использовании объемного метода жидкость через 20 минут оттитровывают 0,001 н. раствором тиосульфата натрия.

По количеству израсходованного раствора тиосульфата натрия, исходя из условий реакции, вычисляют содержание йода в микрограммах в 1 л воды (X) по следующей формуле:

$$x = \frac{n \cdot k \cdot 21,15}{v_1}$$

где n — содержание в растворе (в миллилитрах) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, пошедших на титрование K — поправочный коэффициент раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$; V_1 — количество литров воды, взятое для определения йода.

Колориметрическое определение можно вести с применением спектрофотометра СФ-4 или фотоэлектрического колориметра ФЭК-5М. При работе на спектрофотометре лучшие результаты дают измерения при длине волны 575 мμ и толщине слоя жидкости 30 мм. При этом желательно изготовление кювет соответствующих размеров с параллельными гранями. При работе на фотоэлектроколориметре лучшие результаты получают при применении желтого светофильтра с максимальной длиной волны монохроматического потока 595 мμ, кювет с толщиной слоя жидкости 10 мм (иногда 5 и 20 мм) и измерении по шкале левого барабана прибора.

Выводы

1. Отработанный метод обобщает и дополняет ряд предложений, сделанных отечественными и зарубежными авторами. Он основан на применении реактивов, набор которых является оригинальным, и установлен в результате ряда экспериментов.
2. Метод позволяет открывать в образце 1 мкг йода и более. Если упаривается несколько литров воды, открываемая концентрация йода может составлять десятые доли микрограмма на 1 л.
3. Полученная чувствительность метода достаточна при проведении работы по изучению степени эндемичности тех или иных районов по зобу.
4. Метод позволяет вести определение в гораздо более короткие сроки, чем при применении сухого сожжения и многократной экстракции.

ЛИТЕРАТУРА

- Беляева Е. Н. Гиг. и сан., 1957, № 6, стр. 72. — Голубев В. Г., Штуковская Л. А. Там же, 1952, № 2, стр. 17. — Драгомирова М. А. Труды биохимич. лаборатории СССР, М., 1944, т. 7, стр. 5. — Каргер М. И., Чапыжников А. В. Там же, стр. 51. — Кирк П. Количественный ультрамикрoанализ. М., 1952. — Коренман И. М. Количественный микрохимический анализ. М., 1949. — Резников А. А., Муликовская Е. П. Методы анализа природных вод. М., 1954, стр. 174. — Штуковская Л. А. Информ. бюлл. Научно-исслед. ин-та санитарии и гигиены им. Ф. Ф. Эрисмана, 1956, № 3, стр. 43. — Gross W. G., Wood L. K., McHargue J. S., Anal. Chem., 1948, v. 20, p. 900. — Taurog A., Chaikoff I. L., J. Biol. Chem., 1946, v. 163, p. 313.

Поступила 15/VII 1959 г.



АВТОМАТ ДЛЯ ПОДДЕРЖАНИЯ В ЗАТРАВОЧНОЙ КАМЕРЕ ПОСТОЯННЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ПАРОВ ЖИДКИХ ВЕЩЕСТВ

В. П. Дзедзичек

Для экспериментального изучения действия большинства ядовитых веществ желательно иметь такую аппаратуру, которая позволяла бы подвергать животных воздействию химического продукта в том агрегатном состоянии, в каком оно оказывает непосредственное действие и на человека в условиях производства. Для введения в затравочную камеру паров жидких веществ применяются различные приборы (газомер, гусек, сосуд Мариотта, подающий прибор Лифшица, ртутно-водя-