

что максимум поглощения лежит в области 405 нм. При выявлении влияния температуры на эффективность образования окрашенного продукта реакции установлено, что с повышением температуры до 50° интенсивность окрашивания растворов нарастает. Дальнейшее повышение температуры практически не оказывает действия. На основании полученных данных мы сочли возможным проводить реакцию при 50° в течение 15 мин., так как дальнейшее увеличение времени нагревания, как показали опыты, также не оказывает заметного влияния на степень окрашивания. При изучении стабильности полученного окрашивания выявлено, что оптическая плотность окрашенных растворов не изменяется в течение 6 часов.

Разработанные оптимальные условия определения диметилвинилэтинил-п-оксифенилметана были использованы для приготовления шкалы стандартов с содержанием 5, 10, 20, 30, 40, 60, 80, 100 мкг этого вещества в 3 мл водно-спиртового раствора. Во все пробирки вносили по 0,6 мл ртутного реактива и по 1 мл азотной кислоты, удельного веса 1,502. Пробирки помещали в водяную баню, нагретую до 50—52°, на 15 мин. По истечении этого времени объем охлажденных пробирок доводили до 5 мл водно-спиртовым раствором и измеряли оптическую плотность при длине волны 405 нм. Для количественного определения диметилвинилэтинил-п-оксифенилметана строили градуировочный график.

Воспроизводимость результатов предложенного метода проверена на ряде искусственных проб (растворы с заданными концентрациями вещества). Установлено, что ошибка определения равна в среднем ± 1 — $\pm 11\%$. Фенол и диметилвинилэтинилкарбинол в количестве до 1 мг в пробе не мешают определению. Рекомендуется проводить отбор проб диметилвинилэтинил-п-оксифенилметана в 2 последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой № 1, заполненные 5 мл водно-спиртового раствора. Скорость аспирации 0,5 л/мин.

ЛИТЕРАТУРА. Файгль Ф. Капельный анализ. М., 1962, с. 251.

Поступила 5/VII 1972 г.

УДК 616.632.799.4.02.239-074

О. А. Михайлова, Н. С. Швыдко, Д. К. Попов

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ Pu^{239} В МОЧЕ

Настоящая работа посвящена созданию методики определения Pu^{239} в моче человека. Учитывая, что в разработанных и описанных в зарубежной литературе методиках изучения этого элемента рекомендуются реактивы и смолы, не выпускаемые нашей промышленностью, мы изыскивали возможность выделения Pu^{239} с использованием широкодоступных отечественных реактивов. Кроме того, особое внимание было уделено проверке и выяснению полноты отделения Pu^{239} от других α -излучателей (V^{238} , Th^{232} , Th^{230} , Po^{210}), поскольку концентрации естественных α -излучателей могут существенно превышать ожидаемые концентрации Pu^{239} в анализируемых пробах.

Предполагалось разработать 2 варианта методики определения Pu^{239} в моче. 1-й вариант должен заканчиваться измерением α -активности препарата в толстом слое осадка Pu^{239} с неизотопным носителем. 2-й вариант должен заканчиваться измерением α -активности Pu^{239} в тонкослойном препарате.

Прежде чем ставить опыты по извлечению Pu^{239} из реальных проб на «чистых» растворах, содержащих этот элемент, мы нашли оптимальные условия выделения его в радиохимическом чистом виде.

В основу создаваемой методики был положен метод, в котором для отделения Pu^{239} от макропримесей используется экстракция хлороформом

купферроната плутония (IV) из солянокислой среды с неизотопным носителем железа¹. Однако в проверочных опытах не удалось добиться в этих условиях количественного выделения Pu^{239} в органическую фазу. Воспроизводимые результаты, свидетельствующие о практически полном извлечении плутония в органический слой, были получены, когда экстракцию проводили из 1,5 М раствора азотной кислоты среды в присутствии неизотопного носителя циркония или в отсутствие носителя (М. С. Милюкова и соавт.). В дальнейшем были проверены и предложены способы отделения Pu^{239} от V^{238} , Th^{232} , Th^{232} , Po^{210} , Am^{241} .

Коэффициенты очистки в разработанных условиях оказались равными $95,2 \cdot 10^2$; 49 и $1,7 \cdot 10^2$ соответственно.

На последнем этапе разработки методики отдельные узлы ее и метод в целом были проверены на реальных пробах. В результате предлагается следующий способ выделения Pu^{239} из мочи.

Метод основан на отделении Pu^{239} от большинства макропримесей, Am^{241} изотопов урана и тория экстракцией хлороформом купферроната плутония (IV). Толстослойные препараты получают осаждением Pu^{239} с носителем лантаном. Электролитическое осаждение плутония на платине или нержавеющей стали используют для изготовления тонкослойных препаратов.

К пробе мочи добавляют 200 мл концентрированной азотной кислоты, упаривают до 100 мл, переливают в кварцевую (или фарфоровую) чашку, выпаривают до сухого остатка. Оставшуюся массу растворяют в 2 н. растворе азотной кислоты, переносят в стакан, выпаривают досуха. Дважды упаривают досуха с азотной кислотой. Осадок растворяют в минимальном количестве 1,5 М раствора азотной кислоты. Полученный раствор помещают в делительную воронку. Приливают к нему 5—10 мл воды, насыщенную сернистым газом, 5 мл 5% водного раствора купферрона, 5—10 мл хлороформа и встряхивают смесь в течение 1 мин. Органическую фазу отделяют и проводят повторную экстракцию. Органические растворы объединяют; промывают 20—25 мл 0,5 М раствора азотной кислоты, насыщенной до слабого запаха сернистым газом. Органический слой отделяют.

К органическому раствору приливают 5—10 мл концентрированной азотной кислоты, помещают на водяную баню и нагревают для удаления хлороформа. Обработку азотной кислотой повторяют до полного разрушения органических веществ. В минерализате органической фазы содержится $96 \pm 7\%$ Pu^{239} и больше половины Po^{210} .

В водной фазе содержатся около 3% Pu^{239} , Am^{241} , изотопы тория и урана. Для отделения Po^{210} он либо осаждается на никелевых дисках, либо производится цементация его ртутью. В первом случае остаток, полученный при сжигании органической фракции, растворяют в 100 мл 0,2—0,3 М соляной кислоты, добавляют к раствору аскорбиновую и лимонную кислоту. В стаканы опускают никелевые диски и помещают их на кипящую водяную баню на 6 часов. В этих условиях Po^{210} осаждается на диски, а Pu^{239} остается в растворе.

Для цементации Po^{210} ртутью в делительную воронку вносят 0,5 мл свежеочищенной ртути и пробу, растворенную в 20 мл соляной кислоты. Смесь встряхивают в течение 20 мин. Ртуть, поглотившую Po^{210} , сливают, и из солянокислого раствора выделяют Pu^{239} одним из описанных ниже методов.

Выделение Pu^{239} с неизотопным носителем — лантаном — производят следующим образом. В солянокислый раствор, освобожденный от Po^{210} , добавляют в качестве носителя соль лантана (~30 мг в пересчете на La_2O_3). Раствор упаривают и обрабатывают смесью концентрированной азотной кислоты и перекиси водорода для полного сжигания органических веществ (если Po^{210} выделяли на никелевом диске). Остаток растворяют

¹ Методы радиохимического анализа. ВОЗ. Женева, 1967, с. 139—150.

в 2 н. растворе соляной кислоты. Из этого раствора или из раствора после отделения Po^{210} цементацией ртутью плутоний осаждается безугольным аммиаком на гидроксиды лантана. После растворения осадка в 50 мл 2 н. раствора соляной кислоты к пробе добавляют 5 мл 1 М раствора щавелевой кислоты и аммиака до $pH \sim 1,5$. Выпавший осадок оксалата лантана, содержащий Pu^{239} , отфильтровывают, промывают, прокаливают и после тщательного растирания и нанесения на подложку измеряют радиоактивность препарата на установке с α -приставкой.

Выделение Pu^{239} электроосаждением производят так. Солянокислый раствор, освобожденный от Po^{210} , упаривают досуха. После сжигания органических веществ нитраты переводят в хлориды трехкратной обработкой осадка концентрированной соляной кислотой. Осадок хлоридов растворяют в 10 мл концентрированной соляной кислоты, насыщенной эфиром, и переносят в делительную воронку; туда же добавляют 5 мл дистиллированной воды, 10 мл эфира и 100—200 мг роданистого аммония и встряхивают в течение 1 мин. Органическую фазу, содержащую железо, отбрасывают. Проводят 3 экстракции. В одной фазе удаляют эфир, разрушают роданид аммония обработкой концентрированной азотной кислотой. К остатку добавляют 0,3 мл концентрированной серной кислоты и нагревают до появления белых паров. Охлаждают, добавляют 40 мл воды, 2 капли индикатора метилового красного и приливают по каплям концентрированную гидроксид аммония до тех пор, пока индикатор не станет желтым. Быстро добавляют достаточное количество серной кислоты для того, чтобы восстановить красный цвет, а затем еще одну каплю. Между анодом и катодом устанавливают расстояние 2—3 см (в качестве катода используют платину или нержавеющую сталь) и пропускают в течение 6 часов постоянный ток плотностью 100 ма. Не выключая ток, вынимают катод из раствора электролита, обмывают дистиллированной водой, прокаливают в пламени спиртовки и определяют активность выделившегося на катоде Pu^{239} , просчитывая пластинку с 2 сторон и суммируя счет импульсов в минуту.

В заключение следует отметить, что чувствительность метода определяется имеющимся в распоряжении радиохимика оборудованием для измерения α -активности. Эффективность измерений в тонком слое равна 30 %, а в толстом слое ~ 4 % (на установке с α -приставкой П-349).

ЛИТЕРАТУРА. Милюкова М. С., Гусев Н. И., Сентюри И. Г. и др. Аналитическая химия плутония. М., 1965.

Поступила 17/V 1972 г.

УДК 615.9.092.015:612.82

Канд. биол. наук С. М. Павленко

МЕТОД ЭЛЕКТРОТОНИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА ГОЛОВНОЙ МОЗГ ЖИВОТНЫХ В ТОКСИКОЛОГИЧЕСКОМ ЭКСПЕРИМЕНТЕ

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

Нами применены электротонические воздействия на центральную нервную систему для более раннего выявления влияния малых доз токсических веществ.

Теоретической предпосылкой исследований послужили опыты В. С. Рушинова по созданию модели доминанты в моторной области коры мозга кролика при поляризации анодом постоянного тока. Мы поставили перед собой задачу с помощью поляризации (электротоническим воздействием на центральную нервную систему анодом постоянного тока) направленно усилить возбудимость в коре головного мозга подопытных животных, попытаться таким образом увеличить влияние подпороговых импульсов, поступающих от химических раздражений и сделать их надпороговыми.