

Выводы

1. Для выделения вирусов из воды наиболее пригодны аниониты АВ-17-ИК, АВ-17-8, АН-22Д и АН-31Г, причем наиболее эффективны смолы АВ-17-ИК и АН-31Г.

2. Максимальная кратность концентрирования достигается при исследовании больших объемов (не менее 3 л) чистой, свободной от органических взвесей воды, содержащей микроорганизмы в малых количествах (≤ 1 БОЕ/мл). Бактериофаги концентрируются в меньшей степени, чем вирус полиомиелита.

3. Оптимальными условиями концентрирования вирусов на ионообменных смолах являются: предварительное подкисление исследуемой воды до pH 5,5—6,5 и прибавление к ней CaCl_2 до конечной концентрации 10 г/л; элюция вируса при помощи раствора Эрла pH 8,2, бульона Хоттингера с 10% бычьей сыворотки pH 8,4 или 0,5 М фосфатного буфера pH 8,2; вирусологическое исследование проб воды непосредственно после концентрирования.

ЛИТЕРАТУРА. Багдасарьян Г. А., Ловцевич Е. Л., Лепахина Н. К. — «Гиг. и сан.», 1975, № 4, с. 106—107. — Григорьева Л. В. — Там же, 1968, № 7, с. 102—104. — Ловцевич Е. Л. — В кн.: Материалы 6-й Всесоюзной конференции по вопросам санитарной микробиологии. М., 1966, с. 72—73. — Ловцевич Е. Л., Локтева В. Ф. — «Труды Ин-та полиомиелита и вирусных энцефалитов», 1970, т. 14, с. 138—141. — Локтева В. Ф., Чумаков М. П., Жевандрова В. И. и др. — Там же, 1973, т. 21, вып. 2, с. 64—68. — Штанников Е. В. — «Гиг. и сан.», 1965, № 11, с. 29—33. — Kott J., Nurep E. M., Ross W. R. — «Water Res.», 1975, v. 9, p. 869—873.

Поступила 22/III 1976 г.

УДК 616.632.799.3.027.237-074

Л. С. Семочкина, канд. хим. наук М. М. Голутвина

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ^{237}Np В МОЧЕ

Нептунию-237 обычно сопутствуют изотопы плутония и урана. Поэтому анализ проб мочи должен предусматривать отделение этих элементов. Описанные в литературе методы анализа биологических проб на нептуний основаны на принципах жидкостной экстракции (Miller и Biggerstaff; Perkins) или экстракционной хроматографии (Santori и соавт.; Delle Site). Для их осуществления требуются реактивы и материалы, которые не выпускаются отечественной промышленностью. Завершаются эти методы электролитическим выделением ^{237}Np на подложку из нержавеющей стали и измерением α -активности препарата. Эффективность счета при этом невысока, а время, требуемое для изменения активности, составляет несколько часов.

Нами предложен способ определения ^{237}Np в моче, который имеет определенные преимущества по сравнению с существующими. Для концентрирования и выделения изотопа вместо экстракционных процессов использованы процессы соосаждения. α -Активность нептуния предложено регистрировать в слое твердого сцинтиллятора эффективностью 95—100%, что значительно снижает затраты времени на измерение препарата. Метод не требует высокой квалификации исполнителя, сложной и дорогостоящей радиометрической аппаратуры и недоступных реактивов. В пробы мочи перед анализом мы вносили калиброванные растворы ^{237}Np , ^{239}Pu или U, обогащенные изотопами с массами 234 и 235. Для отделения нептуния от плутония и урана определяли возможность его соосаждения с фениларсоном и фосфатом циркония. Были найдены условия, при которых нептуний находится в валентном состоянии (4+), а плутоний и уран — в состояниях (3+) и (6+) соответственно. Установлено, что для улучшения очистки от плутония необходимо проводить восстановительную процедуру до

Соосадитель	Восстановительная среда и условия восстановления	Добавленный радионуклид					
		^{237}Np		^{239}Pu		U обогащенный	
		количество опытов	поглощено осадком, %	число опытов	поглощено осадком, %	число опытов	поглощено осадком, %
Фосфат циркония (10 мг Zr)	Гидроксиламин солянокислый (0,3 М) в 5 М HCl, 100°, 20 мин	4	90	2	80	—	—
То же	Гидроксиламин солянокислый (0,3 М) + соль Мора (0,5 М) в 0,8 М HCl. Температура комнатная, 15 мин	4	93	2	25	—	—
» »	Гидразин солянокислый (0,01 М) + соль Мора (0,5 М) в 0,8 М HCl. Температура комнатная, 10 мин	4	93	2	25	—	—
Фениларсонат циркония (10 мг Zr)	Гидроксиламин солянокислый (0,3 М) + соль Мора (0,5 М) в 0,8 М HCl. Температура комнатная, 15 мин	35	83±6	7	2,7±0,6	4	0,07

внесения циркония (Zr) в пробу. В таблице приведены условия восстановления и выходы радионуклидов при анализе мочи по предложенному нами методу.

Из таблицы видно, что наилучшие результаты получены при условиях, указанных в нижней ее графе. Здесь приведены среднеквадратичные ошибки среднего арифметического.

Предложенный метод анализа состоит в следующем: 500 мл мочи в присутствии 40 мг лантана [в виде $\text{La}(\text{NO}_3)_3$], 10 мл концентрированной HNO_3 и 10 мл пергидроля выпаривают до объема 40 мл. Остаток переносят в пробирку из полимерного материала, разбавляют водой до 70 мл и добавляют по 1 мл растворов 4 М солянокислого гидроксиламина и соли Мора (0,25 г). Через 5 мин прибавляют 5 мл концентрированной HF и спустя 5 мин отделяют фториды центрифугированием. Жидкую фазу отбрасывают, а к осадку добавляют 70 мл 1 М HCl и повторяют процедуры восстановления, осаждения и отделения фторидов. Осадок количественно переносят с помощью воды в стакан на 100 мл и добавляют 5 мл концентрированной HNO_3 и 3 мл концентрированной HClO_4 . Проводят медленное выпаривание раствора досуха, не допуская кипячения. Остаток растворяют в 1 М HCl и переносят в центрифужную пробирку из полимерного материала. Объем раствора должен составлять около 10 мл. В пробирку добавляют по 1 мл растворов 4 М солянокислого гидроксиламина и соли Мора (0,25 г), через 15 мин приливают 1 мл раствора ZrOCl_2 концентрацией 10 мг Zr/мл и 2 мл 4 % раствора фениларсоновой кислоты. Осадок фениларсоната циркония, поглотивший ^{237}Np , отделяют через 5 мин центрифугированием. Жидкую фазу, содержащую плутоний и лантан, отбрасывают. Осадок промывают 5 мл 1 М HCl с добавлением 1 мл 4 М солянокислого гидроксиламина, добавляют к нему 2 мг лантана и смесь, состоящую из 5 мл 1 М HCl и 1 мл концентрированного HF. Фениларсонат циркония при этом растворяется,

выпавший фторид лантана захватывает нептуний. Фазы разделяют центрифугированием. Осадок промывают этиловым спиртом и смешивают со светосоставом ФС-4 или ФС-1 (120 ± 20 мг). С помощью спирта переносят его в прозрачные стеклянные или полистироловые кюветы высотой 25 мм, наружным диаметром 38 мм и толщиной стенок не более 1 мм. После высушивания при $80-100^\circ$ осадок посыпают сверху 200 мг светосостава, кювету ставят на фотокатод фотоумножителя, закрывают светонепроницаемым колпаком, выдерживают 1—2 мин для высвечивания светосостава и измеряют α -активность. На рисунке дана схема установки «Волна», применяемой для регистрации активности ^{237}Np .

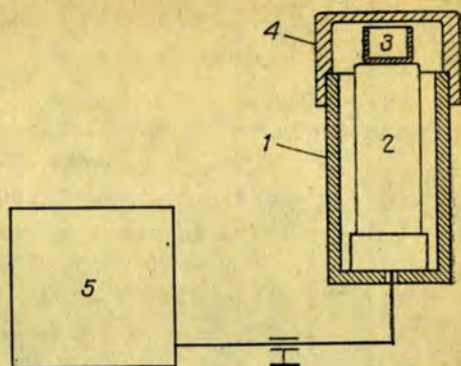


Схема установки для измерения α -активности.

1 — блок фотоумножителя УСС-1; 2 — фотоумножитель ФЭУ-19; 3 — счетная кювета; 4 — крышка корпуса УСС-1; 5 — установка «Волна».

При проведении описанного метода химический выход ^{237}Np составляет $83 \pm 6\%$. Очистке нептуния от плутония происходит на стадии осаждения фениларсоната циркония. Уран отделяется при всех операциях осаждения. В результате коэффициент очистки от плутония составляет 40, от урана — $1 \cdot 10^3$. Эффективность регистрации α -активности определяют с помощью образцового излучателя. Его готовят следующим образом: в счетную кювету вносят известное количество калиброванного раствора ^{237}Np и фторид лантана, приготовленный в отдельной пробирке, смешивают их со светосоставом и измеряют так же, как пробу. Эффективность счета ^{237}Np составляет обычно 95—100%.

Выводы

1. Предложен метод определения ^{237}Np в моче в присутствии изотопов урана и плутония. Чувствительность метода 0,5 расп/мин в пробе. При измерении препарата с указанной активностью в течение 40 мин относительная ошибка составляет $\pm 30\%$.

2. Химический выход ^{237}Np равен $83 \pm 6\%$. Коэффициент очистки изотопа от плутония составляет 40, от урана — $1 \cdot 10^3$.

3. Измерение α -активности в слое твердого сцинтиллятора позволяет регистрировать активность с эффективностью 95—100%. Это значительно снижает время, требуемое на измерение пробы, и, следовательно, уменьшает длительность анализа.

ЛИТЕРАТУРА. Santori G., Testa C. — *J. radioanalyt. Chem.*, 1973, v. 14, p. 37—43.

Поступила 10/VI 1976 г.