

表 2

化合物的毒性及其辐射防护作用

编号	药物溶媒	浓 度 (mg/ml)	制剂 pH	毒 性 $LD_{50/90} \pm SE$ (mg/kg)	MTD (mg/kg)	LD <sub>100/90</sub> 后活存部分			MTD/2时辐射防护 DRF $\pm SE$	
						MTD	MTD/2	MTD/4	造 血	胃 肠
1	水	15	5.3	345 $\pm$ 20	230	9/10	6/10	5/10	1.38 $\pm$ 0.07	1.10 $\pm$ 0.04
2	水	5	5.9	152 $\pm$ 11	100	10/10	10/10	10/10	1.74 $\pm$ 0.06	
3	Mc-Tw*	1.3	7.4	32 $\pm$ 1	24	7/10 (T)	3/10	1/10	1.10 $\pm$ 0.04	
4	水	27	6.7	1120 $\pm$ 30	900	10/10	9/10	10/10	1.91 $\pm$ 0.05	
5	水	10	3.0	308 $\pm$ 6	245	0/10	1/10	0/10	<1.1	
6	水	55	5.2	2430 $\pm$ 90	1880	9/10	10/10	11/11	1.66 $\pm$ 0.07	1.41 $\pm$ 0.04
7	Mc-Tw	8	3.8	339 $\pm$ 20	230	3/10	1/10	0/10	1.09 $\pm$ 0.3	
8	水	100	5.6	4040 $\pm$ 210	2880	7/10	16/30	4/10	1.16 $\pm$ 0.03	
9	水	26	6.0	920 $\pm$ 15	730	10/10	10/10	10/10	2.29 $\pm$ 0.05	1.55 $\pm$ 0.06
10	水	55	7.4	2280 $\pm$ 150	1800	9/10(T)	10/10	10/10	1.86 $\pm$ 0.09	1.24 $\pm$ 0.05
12	Mc-Tw	0.4	4.0	10.4 $\pm$ 0.6	7.6	10/10	8/10	3/10	—	
12	水	20	6.0	1120 $\pm$ 35	900	9/10(T)	10/10	10/10	2.22 $\pm$ 0.06	1.51 $\pm$ 0.04
13	水	28	6.0	1120 $\pm$ 30	870	7/10	3/10	1/10	1.09 $\pm$ 0.03	
14	水	9	6.5	345 $\pm$ 20	250	9/10	8/10	4/10	1.18 $\pm$ 0.04	
15	水	16	6.3	530 $\pm$ 15	415	10/10	10/10	10/10	1.70 $\pm$ 0.06	
16	水	20	6.8	785 $\pm$ 20	630	10/10	10/10	9/10	1.93 $\pm$ 0.08	
17	Mc-Tw	4	5.1	157 $\pm$ 6	115	9/10(T)	9/10	10/10	1.54 $\pm$ 0.05	
18	Mc-Tw	3	4.5	104 $\pm$ 3	78	9/10	10/10	10/10	1.48 $\pm$ 0.04	
19	水	20	4.0	755 $\pm$ 25	565	10/10	8/10	10/10	~1.5	
20	Mc-Tw	3	4.8	101 $\pm$ 4	77	8/10	8/10	3/10	1.22 $\pm$ 0.04	

• 0.4%羧甲基纤维素和0.2%吐温-80的混悬液; LD<sub>100/90</sub> = 1100rad, (T), 1只动物毒性死亡。

【山根兴摘译 葛忠良审校】

## 环境样品中<sup>60</sup>Co的放射化学测定

Jennings CD et al, Talanta 29(10):871, 1982 (英文)

本文叙述了低活性沉积物和生物样品中<sup>60</sup>Co的放射化学测定程序。本程序钴的回收率高, 对三价镧系元素及天然放射性核素去污彻底。用1-亚硝基-2-萘酚沉淀钴, 以磷酸铁形式沉淀去污铁, 然后将钴萃入甲基异丁基酮中。最后, 以硫氰酸汞钴的形式沉淀钴、测定产额和 $\beta$ 计数。

试剂:

除非特殊说明, 所用的均为试剂级化学品, 在所有制备溶液的过程中以及所需的洗涤用水, 均使用重蒸水。

硫氰酸汞(Ⅰ)铵: 将316.8克硫氰酸汞(Ⅰ)溶于250ml 1M的氯化铵中。

钴载体和产额监测剂: (钴 10mg/ml) 将 4.04g CoCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O 溶于水, 稀释到100ml容量瓶中。用 NaOH 沉淀1ml钴, 离心沉淀, 然后用水洗涤, 用乙醇将沉淀转入到2.5cm的不锈钢样品盘中, 在加热灯下干燥, 以此来标定所配制的溶液, 所得的Co(OH)<sub>2</sub>重量具有重现性。

1-亚硝基-2-萘酚溶液: 将10g 1-亚硝基-2-萘酚溶于100ml冰醋酸中。

Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>溶液: 溶解 23.05g Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>·12H<sub>2</sub>O 于1升水中。

程序:

沉积物的溶解: 称取10g沉积物, 将其置于250ml

塑料烧杯中,加入1 ml 钴产额监测剂,50ml 8M硝酸,50ml浓氢氟酸,在加热灯下蒸发至干。再加入约100 ml 6M的盐酸,再次蒸发至干。用6M盐酸将残余物转到一玻璃烧杯中。将100ml 6M盐酸与1g硼酸一起加入到塑料烧杯中,在加热灯下温热,直至硼酸溶解。然后将溶液转到玻璃烧杯中,在电热板上蒸发至溶液体积为50ml,然后用S&S白条滤纸过滤。将滤纸放回到玻璃烧杯中,加入10ml浓硝酸和10ml浓高氯酸,沸腾至高氯酸冒白烟。然后,用玻璃纤维滤纸过滤,合并两次滤液,将其保留用于钴的测定。

生物物质的溶解,将一已知量的干燥生物样品置于烧杯中,加入1 ml 钴产额监测剂,在马福炉中缓慢升温至450°C,灰化样品24小时或达到灰白程度。将样品冷却,溶解残渣于100ml 6M盐酸中;然后,在电热板上将溶液体积蒸发至50ml,用S&S白条滤纸过滤,以下接上述沉积物程序的相同步骤。

钴的测定:将上述溶解程序中所得的滤液稀释,使其酸浓度为1M。加入约2g盐酸羟胺,加热至近沸。加入7ml 10% 1-亚硝基-2-萘酚溶液,沸腾2分钟,在白条滤纸上过滤,用水洗涤数次,弃去滤液。将滤纸和沉淀放入一250ml烧杯中,加入浓硝酸和高氯酸各10ml,加热至高酸冒白烟,使沉淀分解。将所得溶液转入50ml离心管中,稀释至20ml,用NaOH沉淀 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 。离心,弃去上清液,水洗沉淀。在80°C的水浴上加热,以尽可能少的浓盐酸溶解沉淀,用水稀释至20ml。对于每20mg的铁,加入5ml 0.1M  $\text{Na}_2\text{PO}_4$ 溶液,用氨溶液调节pH约为5~6,然后加入1ml冰醋酸使pH为3~3.5,沸水浴上加热,使磷酸铁沉淀凝聚。用S&S白条滤纸滤去沉淀,将滤液收集于一干净的50ml离心管中,用热的稀醋酸(2.5% v/v)洗涤沉淀三次,弃去沉淀。合并滤液和洗涤液,用NaOH沉淀 $\text{Co}(\text{OH})_2$ ,离心,用水洗涤沉淀。在热水浴上加热,将沉淀溶于尽可能少的浓盐酸中(2或3滴),用水稀释至10ml。加入2ml浓氨水,滤入125ml分液漏斗中,弃去滤纸。加2ml冰醋酸,20ml 25%硫氰酸铵溶液和20ml甲基异丁基酮溶液(MIBK)于分液漏斗中,震荡5分钟。分层后弃去水相,加入20ml 25%硫氰酸铵溶液,震荡1分钟,经相分离后,弃去水相。重复这一洗涤步骤。用两份5ml水反萃钴,

每次震荡30秒。合并两次水相反萃液于一干净的50ml玻璃离心管中,加入3滴浓盐酸,加热近沸。加入2ml 1M硫氰酸汞铵,在冰浴上冷却,用玻璃棒剧烈搅拌直至兰色的硫氰酸汞钴沉淀完全。离心,弃去上清液,用冷水,冷乙醇洗涤沉淀,弃去洗涤液。加入1ml乙醇,震荡以获得沉淀的悬浊液。用巴斯德移液管将此液转至已称重的2.5cm不锈钢样品盘中,用250 $\mu\text{l}$ 的乙醇冲洗离心管,将洗液迅速加入样品盘以保证沉淀完全复盖于盘中。经加热灯干燥,以 $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ (11.98%钴)形式称重,在低本底 $\beta$ 计数器上测量,对于化学产额,自吸收和计数效率做适当的校正。

目前的环境样品,例如哥伦比亚河沉积物更容易被超铀放射性核素(Pu和Am)以及长寿命的裂变和中子活化产物例如 $^{137}\text{Cs}$ 、 $^{59}\text{Fe}$ 和三价镧系元素,特别是放射性核素Eu所污染。据此,试验了MIBK萃取对三价 $^{152}\text{Eu}$ 分离的选择性。结果表明,经MIBK萃取后,水相中 $^{152}\text{Eu}$ 的活性几乎没有变化。我们所得到的哥伦比亚河沉积物标准参考物质(由NBS提供)的结果与保证值符合得很好,这进一步肯定了本程序对钴从天然放射性核素中去污的完全性。

本程序即可以用于沉积物,也可以用于生物物质的分析,证明了它在环境样品分析中的效用。当本程序用 $^{60}\text{Co}$ 示踪时,可以发现,92 $\pm$ 2%的钴被MIBK萃取, $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 的回收率为95 $\pm$ 5%,所得的总的化学回收率为86 $\pm$ 5%。仔细熟练地操作,整个程序钴的回收率至少可达75%。

我们所进行的一些试验表明,不论是用草酸钙还是硫酸钙,均不能从稀酸溶液中有有效浓集钴;其次,当按Marsh和Maeck所推荐的方法,用氨来沉淀氢氧化铁时,大量的、不同比例的钴随着一起共沉淀,为了从铁中分离钴,我们使用了Young和Hall的程序沉淀磷酸铁,发现钴的共沉淀仅为3%。此外,要求样品体积必须小,钴的含量在3~4mg,否则不易形成 $\text{Co}[\text{Hg}(\text{SCN})_4]$ 沉淀。如果在这一步骤中使用一塑料离心管,则管壁会吸附大量的沉淀而不被回收。在我们的实验中,使用塑料管,钴的回收率为55 $\pm$ 7%,而玻璃管,回收率为95 $\pm$ 5%。

(段忆翔摘译 俞誉福校)