

C. N. E. A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1981

07.81.06

457

EVALUACION DE LA PRESENCIA DE AZUFRE-35 EN PREPARADOS DE FOSFORO-32.

R. H. Rodríguez Pasqués - F. A. Iglicki - P. E. Cittadini.

Comisión Nacional de Energía Atómica - Dirección de Radioisótopos y Radiaciones.

El fósforo-32 es uno de los radionucleídos más utilizados en medicina y otras actividades, en que sirve generalmente como indicador del elemento fósforo. Para ello resultan convenientes su período de semidesintegración de 14,3 días y su radiación beta dura, con energía máxima de 1,71 MeV.

El método corriente para producir ^{32}P utiliza la reacción (n,p) con neutrones rápidos, sobre azufre:

$^{32}\text{S} (n,p) ^{32}\text{P}$
(95%)

Lateralmente se produce ^{35}S por la reacción:

$^{34}\text{S} (n,\gamma) ^{35}\text{S}$
(4,2%)

El período del ^{35}S es de 88 días, y también es emisor beta puro, pero la energía máxima de sus radiaciones sólo alcanza a 0,167 MeV.

Este radionucleído se encontrará como impureza del ^{32}P en proporción que depende del espectro de neutrones. De ahí que sea necesario complementar la producción con el control de la actividad porcentual de ^{35}S .

En la literatura se encuentra un método basado en dejar caer la actividad más corta del fósforo, y luego medir la de azufre, pero este procedimiento no puede servir de ninguna manera para el control rutinario (Münze, Baraniak, Reinhard, Leuschke). Otro procedimiento utiliza una columna de óxido de magnesio, sobre la cual se absorbe fósforo y se eluye azufre (Veljkovic y Milenkovic, A/CONF. 15/1; tomo 20, p.45).

Nosotros hemos desarrollado un procedimiento original en que a la solución de ^{32}P se añade portador $\text{SO}_4^{=}$ y se lo precipita con clorhidrato de bencidina, en medio ácido.

El precipitado de sulfato de bencidina es cuantitativo, reproducible y de composición definida, con un factor gravimétrico (sulfato de bencidina a azufre) convenientemente elevado (8,8).

La precipitación de sulfato con bencidina tiene la ventaja de que a efectos de su purificación, el precipitado puede ser fácilmente redissuelto en solución de hidróxido sódico, y vuelto a precipitar por simple acidulación.

Después de probar distintas condiciones de operación se seleccionaron las siguientes:

Portador: 10 mg de S como $\text{SO}_4^{=}$

Portador de retención para fósforo: 10 mg de P como PO_4^{3-}

Acidez inicial: 0,5 M, ClH

Volumen de la solución problema: 30 ml

Concentración de reactivo: 2% m/v, en alcohol y HCl

Volumen de reactivo agregado: 12 ml

La reacción transcurre bien en frío, y el precipitado sedimenta en pocos minutos. Lo más práctico es realizar la precipitación y las operaciones subsiguientes en tubo de centrífuga, revolviendo con varilla de vidrio.

El precipitado con el ^{35}S se separa del sobrenadante por centrifugación. Procediendo con soluciones puras de ^{35}S se comprobó que en el sobrenadante no queda ^{35}S residual, es decir, que la precipitación es cuantitativa.

La medición de actividad de ^{35}S se realizó con contador Geiger-Müller de ventana muy fina, sobre el precipitado filtrado y secado, montado sobre soporte de plástico muy delgado (VYNS).

En el Cuadro 1 vemos que la fracción de cuentas por minuto de ^{35}S en el precipitado respecto de la cantidad originalmente agregada es de 30-31%. Dado que en el sobrenadante no queda ^{35}S , se concluye que el 69-70% de actividad faltante se debe a autoabsorción de la radiación beta blanda por el precipitado.

Cuadro 1

cpm iniciales de ^{35}S	cpm en el precipitado	recuperación %
3.245	1.020	31,4
3.221	1.019	31,4
3.232	989	31,0
4.912	1.431	29,1

la detección de ^{35}S desciende a cero cuando se interpone una chapa de aluminio con espesor de 30 mg/cm^2 .

Cuando se estudia la impurificación del precipitado de sulfato de bencidina precipitado en el seno de una solución de ^{32}P se observa que se arrastra consistentemente un 1,8% de la actividad de fósforo de la solución. La relación lineal entre el P arrastrado y su concentración inicial se ve inmediatamente en la figura 1, en que la variación va desde 0 hasta 10^6 cpm de ^{32}P en la muestra original. Por debajo de 100.000 cpm la adsorción aparece algo mayor, pero este caso no se encontraría en la práctica rutinaria.

Para reducir el arrastre, el camino práctico consiste en redissolver en HONa 6 M (calentando suavemente) y reprecipitar agregando portador PO_4^{3-} más un ligero exceso de reactivo y acidificando con HCl .

Las experiencias muestran que el ^{32}P arrastrado por el segundo precipitado es del orden de 0,02% de su concentración inicial. Experimentalmente se hallaron los valores de adsorción en los sucesivos precipitados que aparecen en el Cuadro 2.

Cuadro 2

cpm iniciales de ^{32}P	cpm % en 1° ppdo.	cpm % en 2° ppdo.	cpm % en 3° ppdo.
94.530	1,40	"0"	---
259.553	1,54	0,015	0,005
378.120	1,70	0,004	---
519.106	1,67	0,03	0,005
708.975	1,80	0,02	---
852.817	1,78	0,02	0,003
992.565	1,89	0,04	---

Este mismo cuadro demuestra cómo se puede mejorar más la pureza realizando una segunda reprecipitación, que es tan sencilla como la primera.

El precipitado purificado contiene, pues, todo el ^{35}S (a menos de la disminución de rendimiento químico), y un pequeño remanente de ^{32}P . La medición directa de la actividad del precipitado con contador G.M. dará actividad de fósforo, R_p , más actividad de azufre:

$$R_S: R = R_p + R_S$$

Interponiendo 30 mg de aluminio/ cm^2 , la actividad registrada R_S

es eliminada, en tanto que R_p es disminuída al 84% de su valor inicial. Llamando R_{a1} a la medición a través del absorbente, $R_{a1} = 0,84 R_p$. Por lo tanto:

$$R_S = R - R_{a1}/0,84$$

Teniendo en cuenta que la autoabsorción alcanza a 69%, se llega al valor corregido de actividad de azufre-35, en cpm:

$$R_{S-35} = 3,3 (R - 1,19 R_{a1})$$

Cuadro 3

cpm iniciales de ^{32}P	cpm iniciales de ^{35}S	o/oo de S en P (dpm/dpm)	^{35}S recuperado %
395.178	1.650	32,0	33,0
473.500	1.600	25,9	32,7
473.500	1.600	25,9	34,4
827.992	825	7,6	35,0
844.875	1.732	15,7	31,5
844.875	1.732	15,7	32,0
894.690	948	8,12	29,6
894.690	2.104	18,0	32,3

La recuperación medida es la que corresponde a recuperación cuantitativa, teniendo en cuenta la autoabsorción de la radiación en el precipitado. Como se ve, es posible discernir bien una impurificación de ^{32}P con sólo 7,6 o/oo de ^{35}S .

Este trabajo va a ser continuado realizando un estudio comparativo con el método de adsorción de P en óxido de magnesio (procedimiento de Veljkovic y Milenkovic). Según los datos suministrados por estos autores se estima que el resultado no será superior al método que nosotros hemos desarrollado.

Nuestro procedimiento puede ser cómodamente realizado en cuatro horas, y seguramente en menos cuando se lo practica rutinariamente. Por todo ello, se espera que podrá ser aplicado exitosamente para control de pureza radiactiva de preparados de ^{32}P .

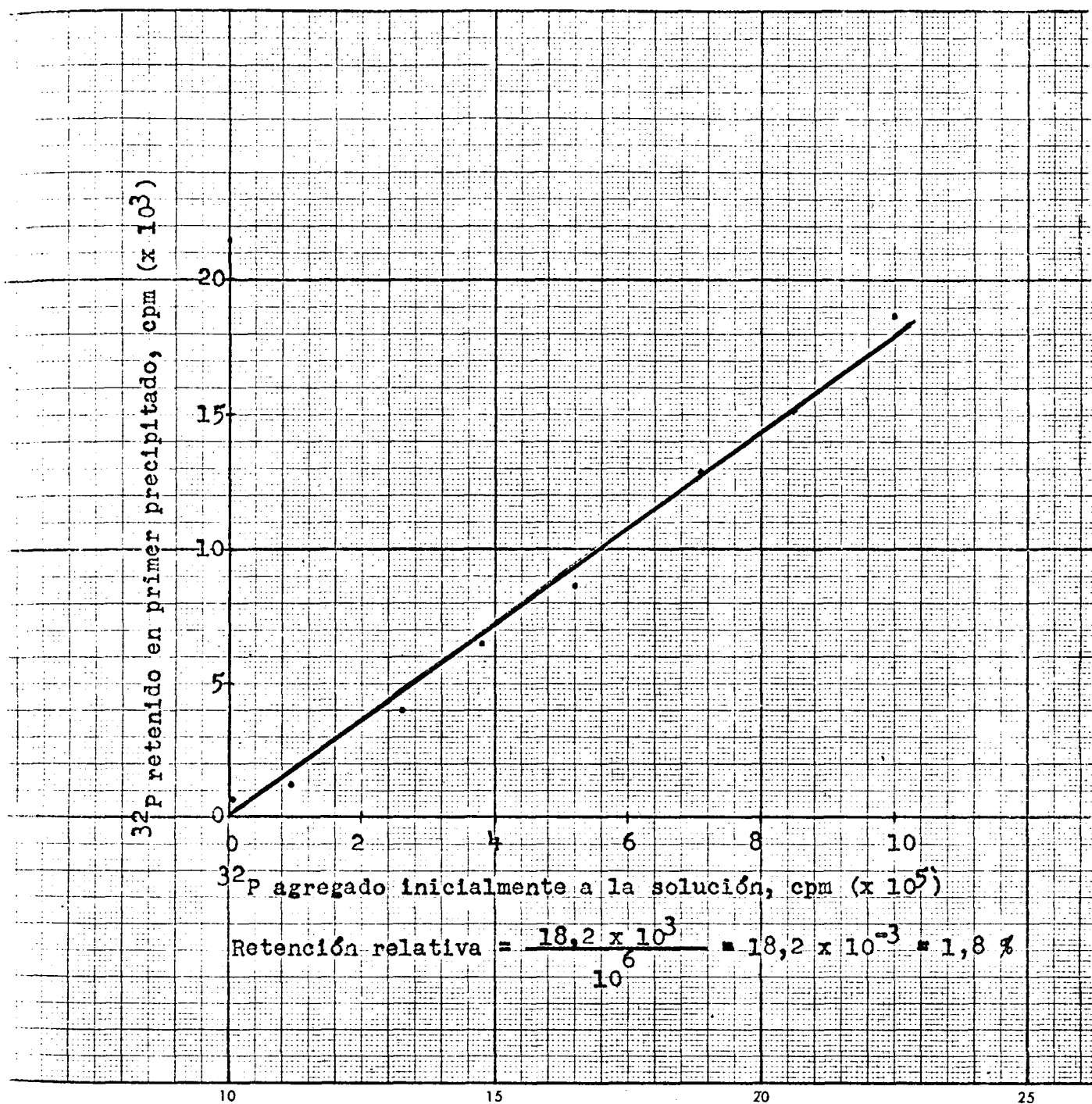


FIGURA 1