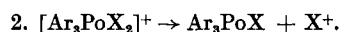
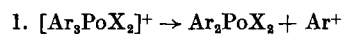


Dünnschichtchromatographie an Al_2O_3 (Aktivität nach BROCKMANN III – IV, Körnung 50–100 μ) analysiert. Als Entwicklungssystem wurde eine Mischung von Äthylazetat und Methanol (Volumina 1:1) verwendet. Die Chromatographie wurde in der Anwesenheit nichtisotopischer Träger, die durch organische den Zerfallsprodukten ähnliche Tellurverbindungen dargestellt werden, und in einigen Fällen ohne Träger durchgeführt. Die Identifikation der bestimmten Produkte des β -Zerfalls wurde durch einen Vergleich mit den Poloniumverbindungen, die mittels Grignardreagens synthetisiert wurden, erreicht. Eine quantitative Auswertung der Chromatogramme wurde nach der Messung der α -Strahlung von ^{210}Po durchgeführt. Die gewonnenen Ergebnisse werden in der Tab. 1 zusammengefaßt und typische Chromatogramme sind aus den Abb. 1 und 2 ersichtlich.

Aus den Abbildungen kann man einen ähnlichen Charakter des chromatographischen Verhaltens verschiedener Dihalogenderivate ersehen. Aus der Tabelle folgt, daß die Ausbeute der Poloniumverbindungen des Types Ar_3PoX und der entsprechenden Verbindungen von Ar_2PoX_2 sehr stark vom Halogencharakter abhängt. Beim Übergang von Difluorderivaten zu analogen Dibromderivaten beobachtet man eine Zu-

nahme der Ausbeute der Verbindungen von Ar_3PoX und eine entsprechende Abnahme der Ausbeute der Verbindungen von Ar_2PoX_2 . Wie es früher [2] angeführt wurde, führt der β -Zerfall von ^{210}Bi in der Form der Verbindungen von Ar_3BiX_2 zur Bildung thermodynamisch nicht beständiger primärer Molekülonen $[\text{Ar}_3\text{PoX}_2]^+$ nach dem Schema $\text{Ar}_3\text{BiX}_2 \xrightarrow{\beta} [\text{Ar}_3\text{PoX}_2]^+$. Der Zerfall dieser Ionen kann auf zwei Wegen verwirklicht werden:



Dabei kann man aus den angeführten Resultaten sehen, daß die Wahrscheinlichkeit des Zerfalls der Molekülonen nach diesen Schemen für ein gegebenes organisches Radikal durch den Halogencharakter bestimmt wird. Das kann man durch eine veränderliche Bindungsfestigkeit von $\text{Po}-\text{X}$ in gebildeten Molekülonen und durch ungleiche Wechselwirkungsenergie der sich spaltenden positiv geladenen Radikale und Halogene mit Elektronenpaaren des Halogens der Muttersubstanzmoleküle erklären. Man muß bemerken, daß die festgestellten Erscheinungen zur Regelung der mit primären Molekularionen verlaufenden Prozesse verwendet werden können.

TECHNISCHE MITTEILUNGEN

A New Method for the Preparation of Carrier-Free Phosphorus-32

By R. P. GOSO and R. RADICELLA, Departamento de Producción, Comisión Nacional de Energía Atómica, Buenos Aires (29), Argentina

With 2 figures. (Received November 2, 1964)

Different procedures for preparing carrier-free ^{32}P have been described previously by several authors [1–17]. Among these, BRESESTI, LANZ and DEL TURCO [15] dissolve the irradiated sulphur in hot toluene and adsorb ^{32}P on alumina. The elution is carried out by 0.5 N sodium hydroxide. O. Z. JOVANOVIĆ-KOVAZEVIĆ [16] uses carbon disulphide as solvent, adsorbs the ^{32}P on silica gel and elutes with 5 N nitric acid.

We found that we can prepare carrier-free ^{32}P -orthophosphate by dissolving the irradiated sulphur in carbon disulphide, followed by the adsorption of phosphorus-32 on powdered soda-lime glass. The subsequent elution is carried out by 20 ml of distilled water, after washing with 50 ml of fresh carbon disulphide and drying the adsorption column by a current of air for 10 minutes.

The chemical yield of the procedure is 90%. The radioactive purity of the preparation is better than 99.95% and its radiochemical purity is higher than 99.5%, after heating for 1 hour at 120 °C the solution previously made 0.01 N with hydrochloric acid.

The simplicity of the procedure makes it suitable for remote control operations and the preparation obtained fits the specification for medical uses.

1. E. C. COHN, USAEC-MDDC-518 (1946) and USA Patent No. 2,653,076 (1946).
2. J. N. BUTLER, AECD-2850 (1947).
3. A. W. KENNY and W. T. SPRAGG, J. Chem. Soc. Suppl. 2, 327 (1949).
4. W. J. ARROL, AERE-I/R-748 (1951).
5. L. D. MCISAAC and A. VOIGT, ISC-271 (1952).
6. W. J. ARROL and F. HUDSWELL, AERE-I/R-1033 (1952).
7. A. H. BOOTH, Canad. J. Res. 27B, 933 (1949).
8. K. SAMSAHL and K. TAUGHBOL, JENER-35 (1955).
9. K. SAMSHAL, JENER-41 (1956).
10. C. C. EVANS and J. STEVENSON, British Patent No. 765,489.
11. D. GEITHOFF, KFK-62 (1961).
12. F. DE LA CRUZ, C. SUAREZ, and G. DOMINGUEZ, Energía Nuclear, No. 22, 4 (1962).
13. L. S. KOZIREVA, CEA-R 1438 (1961).
14. R. CONSTANT, BLG-67 (1961).
15. M. BRESESTI, R. LANZ, and A. M. DEL TURCO, Ann. Chim. 51, 351 (1961).
16. O. Z. JOVANOVIĆ-KOVAZEVIĆ, Bull. Inst. Nuclear Sci. 10, 51 (1960).
17. F. W. LIMA, A. ABRAO, and L. T. ATALLA, IEA-37 (1960).

Experimental

Elementary sulphur was irradiated in the reactor RA 1 for one week and, after irradiation, was dissolved in carbon disulphide. We selected this solvent, in spite of its toxicity and volatility, because the great solubility of sulphur in carbon disulphide renders possible the routine work, at room temperature, with small volumes of solutions.

Adsorption columns, - 14 mm diameter, 100 mm high - have been packed with powdered porcelain, borosilicate glass and soda-lime glass of different particles sizes. We found that on passing the solution (100 mg S/ml) through the columns at a rate of 2.5 ml/min, more than 99% of the ^{32}P was retained in all the columns with particles of 0.3-1 mm diameter. On particles with a diameter greater than 1 mm the retention was about 92%. After washing with 50 ml of carbon sulphide, the columns were carefully dried with a current of air for 10 minutes.

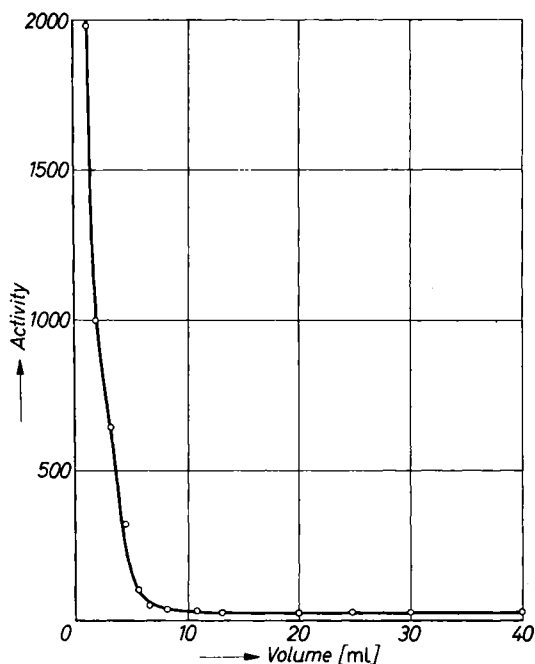


Fig. 1. Water elution of ^{32}P from soda-lime glass powder

Elutions of the ^{32}P were carried out with 0.2 to 0.3 N hydrochloric acid and with distilled water. A yield of 90% was obtained for the columns packed with soda-lime glass, and smaller yields with the borosilicate glass and porcelain, irrespective of the elutriants used. Elutions with the same solutions, adding different

amounts of orthophosphate carrier, were performed with no increase of the yield. Figure 1 shows the elution curve of ^{32}P from a column of soda-lime glass, 0.3-1 mm particle size, using distilled water as elutriant at a rate of 2.5 ml/min. The greater part of the ^{32}P is eluted in the first 15 ml.

The radioactive purity of the ^{32}P preparations, as tested by paper electrophoresis [11], by beta counting of its decay and by gamma spectrometry, was greater than 99.95%.

The radiochemical purity was tested by paper chromatography [18] in both acid and aqueous solutions. About the 98% of the ^{32}P was present as orthophosphate. The remaining activity was mainly due to metaphosphates.

To increase its radiochemical purity the aqueous solutions were made 0.01 N with hydrochloric acid before autoclave sterilization. After heating for 1 hour at 120 °C the purity was greater than 99.95%.

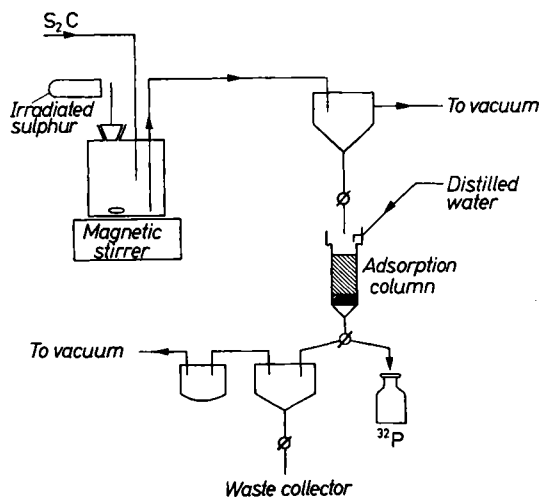


Fig. 2. Scheme of the apparatus used for routine separation of ^{32}P (400 mCi)

The chemical purity was tested by emission spectroscopy. All the possible chemical impurities were below the detection limits of the method, i.e. 0.05 µg/ml for Cu, Mn, Si, and B, 0.5 µg/ml for Fe, Pb, Ni, Al, Cd, Co and Sn, and 5 µg/ml for W, As, P and La.

Figure 2 shows a diagram of the apparatus used in our laboratory for routine production of 400 mCi of ^{32}P per batch in a plexiglass shielded remote-control box.

18. A. J. P. EBEL and Y. VOLMAR, *Compt. Rend.* **233**, 415 (1951).