

Comunicaciones Originales

PRODUCCION DE DISTINTOS RADIOISOTOPOS CON SINCRICICLOTRON Y REACTOR TIPO ARGONAUT*

POR

E. ALVAREZ, L. ANGHILERI, O. GATTI, J. PAHISA CAMPA,
E. RICCI y R. RODRÍGUEZ PASQUÉS

División Radioquímica, Departamento de Química,
Comisión Nacional de Energía Atómica
Buenos Aires, Argentina

RESUMEN

Se consideran varios procedimientos estudiados y puestos a punto para obtención de cantidades limitadas de radionucleídos de interés, mediante el uso del sincrociclotrón Phillips, de 28 MeV (deuterones), o del reactor RA 1 (tipo Argonaut), de la Comisión Nacional de Energía Atómica.

En primer término se describen las características de los aparatos antes citados y sus modalidades propias en relación con su capacidad de producir radioisótopos.

A continuación se tratan los casos individuales de distintos nucleídos de interés, a saber: ^{24}Na , ^{198}Au , ^{82}Br , ^{45}Ca , ^{32}P , ^{59}Fe , ^{131}I . Se describen los métodos radioquímicos seguidos, propios o adaptados, y los rendimientos correspondientes.

Por último se discuten los procedimientos empleados en la calibración de las actividades obtenidas.

INTRODUCCIÓN

El uso de radioisótopos en la República Argentina radica principalmente en el campo terapéutico, es decir, el consumo fundamental corresponde a yodo-131, fósforo-32, cobalto-60, oro-198 y hierro-59, cuyos períodos de semidesintegración (salvo de oro-198) exceden los ocho días. En el país no existe todavía un reactor nuclear adecuado para producir altas actividades de tales radionucleídos, de modo que la mayor parte de los radioisótopos que se consumen es importada.

La Comisión Nacional de Energía Atómica está comenzando a producir sustancias radiactivas por sí misma; para ello se ha dispuesto ya la construc-

ción de un reactor de flujo neutrónico suficiente. En la actualidad se posee instrumental apropiado para obtener cantidades útiles, de algunos isótopos radiactivos de interés práctico, por ejemplo oro-198 para tratamiento de tumores o sodio-24 para investigación físico-química y médica.

En este trabajo se da a conocer el estado actual de progreso en las tareas relativas a producción de radioisótopos mediante el sincrociclotrón y el reactor RA 1. Estos últimos se describen a continuación, para seguir con la consideración particular de los procedimientos radioquímicos, propios o adaptados, que se utilizan en la producción de cada radioisótopo.

Sincrociclotrón

Está diseñado para acelerar deuterones hasta una energía nominal de 30 MeV, y partículas alfa hasta 60 MeV.

El campo magnético es de unos 14,000 gauss, y el eléctrico, alterno, de 12,000 volt; la frecuencia es de 10.6 megaciclos por segundo, con una modulación de 4%, realizada por variación capacitativa periódica; se logra así un pulso de partículas aceleradas cada 500 microsegundos, dando corrientes de blanco de hasta 30 μA , medidas con blanco aislado y microamperímetro. La refrigeración del blanco se realiza mediante agua corriente, con un caudal adecuado para la disipación de un kw.

Esta máquina permite lograr una gran cantidad de reacciones nucleares inducidas por deuterones y partículas alfa, e indirectamente por neutrones, rápidos o moderados. Como ejemplo pueden citarse reacciones tales como (d, p), (d, 2p), (d, α), (d, α p), (n, p), (n, α), (n, 2p), (n, α p), etc. que han sido comprobadas en el curso de las investigaciones radioquímicas. Dado que se trata

* Trabajo presentado en el Séptimo Congreso Latinoamericano de Química. Marzo-Abril, 1959. VI-148.

de un sincrociclotrón las actividades obtenibles por ahora de irradiación oscilan entre los micro y los millicuries.

Reactor RA 1:

Es de tipo térmico, heterogéneo y refrigerado con agua común, desarrollado sobre el modelo Argonaut, del Laboratorio Nacional de Argonne, de los Estados Unidos. Su potencia puede llegar a los 10 kw térmicos, y su flujo máximo es de 10^{11} neutrones por centímetro cuadrado y por segundo. Esencialmente está constituido por un prisma de grafito de aproximadamente 1.50 m por 1.50 m en su base y 1.20 m de altura. Dentro del prisma existe un espacio anular entre dos tanques de aluminio cilíndricos coaxiales. El tanque de menor diámetro está también relleno de grafito, en el cual se abren los conductos para introducir las muestras a irradiar. El grafito del prisma y el del tanque interno constituyen el reflector. En el espacio anular van distribuidos los elementos combustibles y el sistema de moderación del reactor, consistente en agua común y segmentos de grafito.

Los elementos combustibles están formados por planchuelas de aluminio rellenas con una mezcla uniforme y comprimida de polvo de aluminio y óxido de uranio enriquecido al 20%; estas planchuelas se disponen paralelas entre sí, fijas en armazones de aluminio. El arranque de la reacción en cadena se produce mediante una fuente auxiliar de neutrones.

Se han reunido en una tabla las activaciones practicables por captura, y las actividades resultantes, en microcuries. (1)

SODIO-24

Período de semidesintegración: 15.0 h.

Radiaciones: beta de 1.39 y 4.7 MeV.

gamma de 1.37 y 2.75 MeV.

El Na-24 como trazador tiene una aplicación muy difundida en los campos médico, químico e industrial. En el caso de este radioisótopo la producción local reviste especial interés, pues su período relativamente corto obliga a un rápido transporte, no siempre posible, desde los centros productores corrientes.

A continuación se detallan dos métodos distintos que se han puesto a punto para la obtención de Na-24. Se basan en dos reacciones nucleares que se producen con los deuterones acelerados a 28 MeV en el sincrociclotrón.

Por reacción $^{23}\text{Na} (d, p)^{24}\text{Na}$

Se irradian 50-100 mg de bicarbonato de so-

dio p.a. en el sincrociclotrón y luego, mediante una simple operación química, se lo transforma en una solución de cloruro de sodio.

Se ha elegido el bicarbonato de sodio porque garantiza la obtención de Na-24 radioquímicamente puro, aun en irradiaciones largas y porque no es higroscópico como el carbonato. Sin embargo en el caso de irradiaciones de menos de 5 h de duración puede ser sustituido con ventaja por el cloruro de sodio, ya que este último contiene más porcentaje de sodio por unidad de peso y además, permite que la operación química se reduzca a una simple disolución.

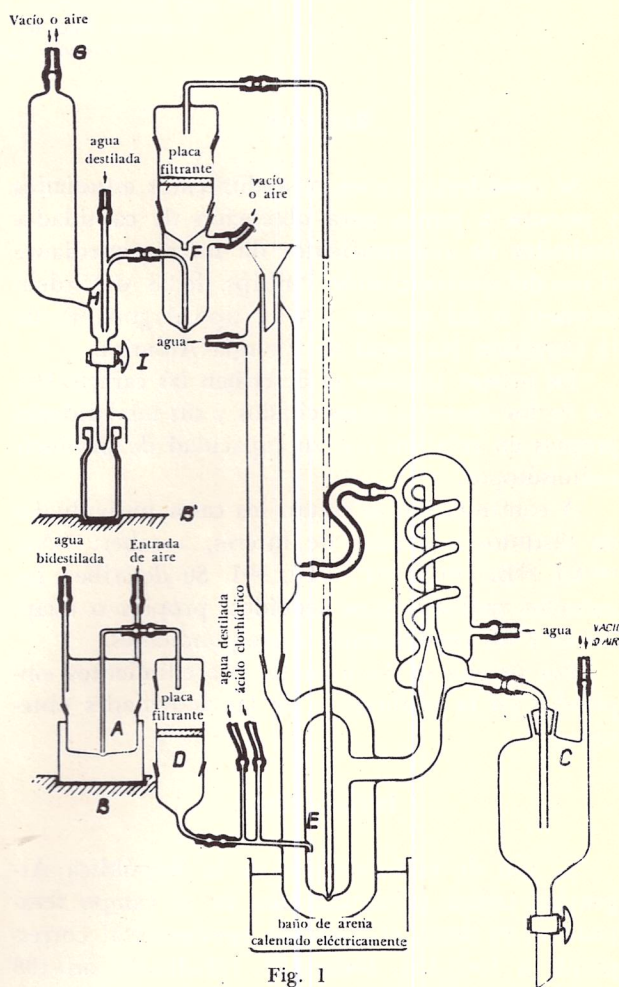


Fig. 1

La simplicidad de la marcha química en este método, facilita la resolución del problema de protección del operador contra las radiaciones, mediante la instalación de un sencillo aparato que puede accionarse desde atrás de una pared de plomo por vacío, electricidad y transmisiones mecánicas. Este dispositivo está actualmente en montaje y prueba y se presenta en la Fig. 1; se describe a continuación la técnica operativa correspondiente:

El bicarbonato irradiado se descarga automáticamente dentro del recipiente A. Dicho recipiente con su soporte son ubicados mediante pinzas adecuadas sobre la plataforma B. Toda la operación que sigue se realiza detrás de plomo. Por medio de una palanca exterior se sube la citada plataforma, de modo que el recipiente A queda cerrado. Se envía desde afuera de la pared protectora un pequeño volumen de agua a dicho recipiente y se favorece la disolución de la sal por burbujeo de aire. Esta operación, así como el movimiento de líquidos dentro del aparato se efectúa mediante la adecuada aplicación de vacío en A, C, F o G.

De este modo se filtra en D la solución obtenida y se trasvasa al evaporador E, cuya camisa exterior contiene agua en ebullición. La solución se acidifica introduciendo ácido clorhídrico concentrado en E y se evapora ahora al vacío hasta sequedad; entre C y la línea general de vacío se interpone un frasco lavador con solución de hidróxido de sodio al 30%. Se vuelve a evaporar a sequedad, previo agregado de pequeñas cantidades de ácido clorhídrico y agua (en ese orden), repitiéndose nuevamente esta operación con agua para purgar de gas clorhídrico el evaporador E.

Inmediatamente la solución es trasvasada a F a través del filtro. Se comunica F con el aire y se aspira desde G con una jeringa hipodérmica, exterior a la pared de plomo, que permite medir el volumen que se desea pasar de F a H. Se introduce ahora en H el volumen de agua que sea necesario y se homogeneiza la solución por burbujeo de aire.

Finalmente se abre el robinete I mediante un mecanismo accionado desde afuera y el líquido se vierte dentro del envase de expendio. La plataforma B' es solidaria con la B y se baja moviendo la palanca citada al principio. Con ello el frasco queda libre para ser sometido a las operaciones de cierre y esterilización.

Después de cada trasvase es conveniente efectuar un lavado con 2 ó 3 ml de agua para mejorar el rendimiento de la operación.

En caso de destinarse el Na-24 para uso médico, el agua empleada en las operaciones debe ser recientemente tridestilada para que esté libre de pirógenos. El aire que entra en el aparato o el que está en contacto con líquidos que entran en él en las distintas operaciones, debe ser filtrado a través de gasa estéril.

Resultados:

Irradiando 50 mg de bicarbonato de sodio durante 60 min con una corriente de deuterones de

4.5 μ A, pueden obtenerse 680 μ C de Na-24 de una actividad específica de 24 μ C/mg de NaCl. La solución fisiológica correspondiente contiene entonces, 212 μ C/ml. Estos datos corresponden a mediciones realizadas 3 h después del fin de irradiación, o sea, completada la marcha química.

El Na-24 obtenido es radioquímicamente puro y libre de pirógenos. El análisis espectroscópico del cloruro de sodio que resulta del tratamiento químico, indica que es un producto puro, adecuado para el empleo en los campos citados. En la actualidad se efectúan normalmente entregas semanales o quincenales de Na-24 producido por este método, a laboratorios de investigaciones fisicoquímicas y médicas de la ciudad de Buenos Aires.

En previsión del lógico incremento de la demanda se ha diseñado el dispositivo a que antes se hizo referencia; conviene destacar, además, que el mismo es especialmente adecuado para procesar Na-24 producido en un reactor nuclear mediante la reacción $^{23}\text{Na}(n, \gamma)^{24}\text{Na}$, que es la que más se empleará cuando el proyectado reactor de flujo alto, permita obtener actividades específicas suficientemente elevadas de dicho radioisótopo.

Por reacción $^{27}\text{Al}(d, \alpha p)^{24}\text{Na}$

Se irradia una chapita delgada de aluminio p.a. con deuterones y el Na-24 se separa del blanco, prácticamente libre de portador, aplicando el método Hollbach y Yaffe (2), el que se ha modificado en la forma siguiente:

La parte activada de la chapa de aluminio se corta y disuelve en un pequeño volumen de una mezcla de partes iguales de ácido clorhídrico concentrado y agua oxigenada 100 Vol. Se evapora hasta unas pocas gotas de líquido y se agrega la mínima cantidad de agua para disolver el residuo. La solución se pasa por una columna de intercambio, constituida por resina catiónica Dowex 50 \times 8 W, siendo sus dimensiones 10 cm \times 0.65 cm². De inmediato se eluye el Na-24 con ácido clorhídrico 0.4 N. La actividad del líquido que sale de la columna se monitorea en forma continua con tubo G.M. e integrador, lo que permite escoger la fracción que contiene el radioisótopo. Dicha fracción se evapora hasta casi sequedad. Como la resina cede un poco de materia orgánica, se agrega un pequeño volumen de agua regia, la que se evapora hasta unas pocas gotas de líquido. Se vuelve a agregar agua regia y se lleva justamente a sequedad. El tratamiento se repite dos veces consecutivas con ácido clorhídrico concentrado, para eliminar los iones nitrato. Se extrae el residuo con varias por-

ciones pequeñas de agua fría y esta solución se centrifuga para eliminar los insolubles.

Los reactivos empleados en la marcha química deben reunir las mismas exigencias que en el método anterior. La duración total de la misma es de cuatro horas y media aproximadamente.

Resultados:

Irradiando el citado blanco de aluminio durante 60 min se obtienen, terminada la marcha química, 250 μC de Na-24; este dato es para una corriente de deuterones de 4.5 μA . Como de la separación química resultó una solución cuyo residuo seco total era de 4.5 mg, la actividad específica correspondiente es de 77 $\mu\text{C}/\text{mg}$.

Este método fue estudiado con el fin de producir Na-24 de alta actividad específica. Es de notar que esta última, así como la actividad total pueden ser aumentadas irradiando blancos de aluminio de masa mayor. Las investigaciones continúan en este sentido, considerándose posible, en base a experiencias solo aproximadas, la obtención de 10 mC de Na-24 por hora de irradiación.

En ambos métodos la actividad obtenida puede incrementarse, en forma proporcional como es obvio, aumentando la corriente de blanco o el tiempo de irradiación.

ORO-198

Período de semidesintegración: 2.7 días.

Radiaciones: beta de 0.96, 0.29 y 1.37 MeV.

gamma de 0.411, 0.67 y 1.09 MeV.

En la actualidad el uso del oro radiactivo está muy difundido tanto como coloide, para el tratamiento de cáncer cavitario (intrapleural o intraperitoneal), o como oro metálico, en forma de pequeñas semillas muy utilizadas para hipofisectomías físicas (en casos de cáncer de mama generalizado), para implantación en tumores, etc. En cualquiera de las formas en que se emplea, el oro debe tener una actividad específica superior a 150 mC/g.

Oro coloidal radiactivo

El método químico seguido es una modificación del utilizado por F. Hudswell *et al.* (3).

En este caso, el método consiste en atacar el oro con agua regia. Una vez disuelto se lleva a sequedad, y se disuelve el ácido tricloroáurico en agua tridestilada, libre de pirógeno. Se reduce a oro metálico, con glucosa en medio alcalino, en presencia de gelatina como coloide protector.

El hecho de tener que trabajar con altas actividades, es sin duda la principal dificultad con que se tropieza. Con el propósito de obviarla y

alcanzar al mismo tiempo una producción regular de coloide oro radiactivo, se ha diseñado un aparato que durante la operación queda protegido por una barrera de plomo de espesor adecuado, siendo su manejo por control remoto (con aire a presión, vacío, electricidad y transmisiones mecánicas) y visualizándose las operaciones por medio de espejos.

Tal aparato, que puede verse en las Figs. 2 y 3 trabaja de la siguiente manera:

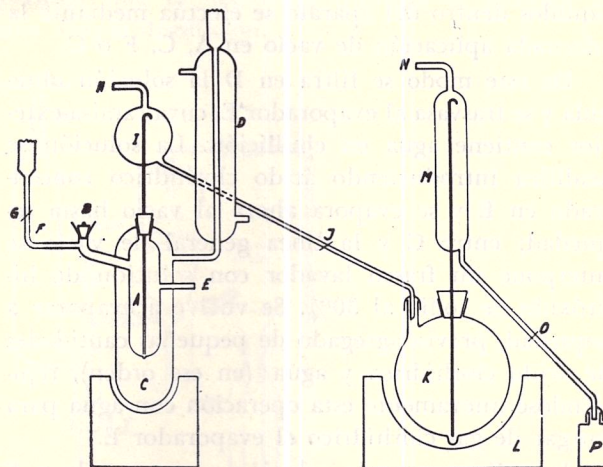


Fig. 2

Se introduce el oro metálico irradiado por la boca B del balón A. Calentando el balón mediante el baño-maría C, se efectúa el ataque con el agua regia. Se lleva a sequedad succionando por E y pasando los vapores ácidos a través de dos torres con cal sodada. Se hace entrar el agua tridestilada por F y se agita la solución inyectando aire a presión por H. Lograda la disolución se hace el vacío desde T, de manera tal que la solución de ácido cloroáurico pase al receptáculo I. Luego se abre la llave J, poniéndose en contacto el ácido cloroáurico con la solución alcalina de gelatina y glucosa, en el balón K. Se agita con burbujeo de aire, manteniendo la mezcla a una temperatura de alrededor de 65° con el calefactor L. El coloide es llevado entonces al receptáculo M, succionando desde N. Por último, se abre la llave O y el coloide pasa al envase P. Ese envase es el que, luego de ser tapado, esterilizado y controlado, se expende al consumidor.

Las llaves G, J y O son tubos de látex que cierran por estrangulación.

Normalmente, este aparato trabaja con 400 mg de oro irradiado, siendo las cantidades de reactivos empleados, las siguientes: 6 a 8 ml de agua regia en el ataque y 28 ml de agua tridestilada libre de pirógenos, para la disolución. Las característi-

cas del coloide protector son: para la misma cantidad de oro, 18 ml de gelatina al 20%, 4.5 ml de hidróxido de sodio al 20%, 50 ml de agua tridesilada libre de pirógenos y 25 g de glucosa empleada como reductor.

En caso de necesidad, el aparato puede procesar hasta 1 g de oro por operación. La duración

ha sido empleado para transformar en el país oro radiactivo metálico importado, en oro coloidal.

Oro metálico radiactivo

Se preparan pequeños cilindros de oro de 1 mm de diámetro por 3 mm de longitud. Dichos cilin-

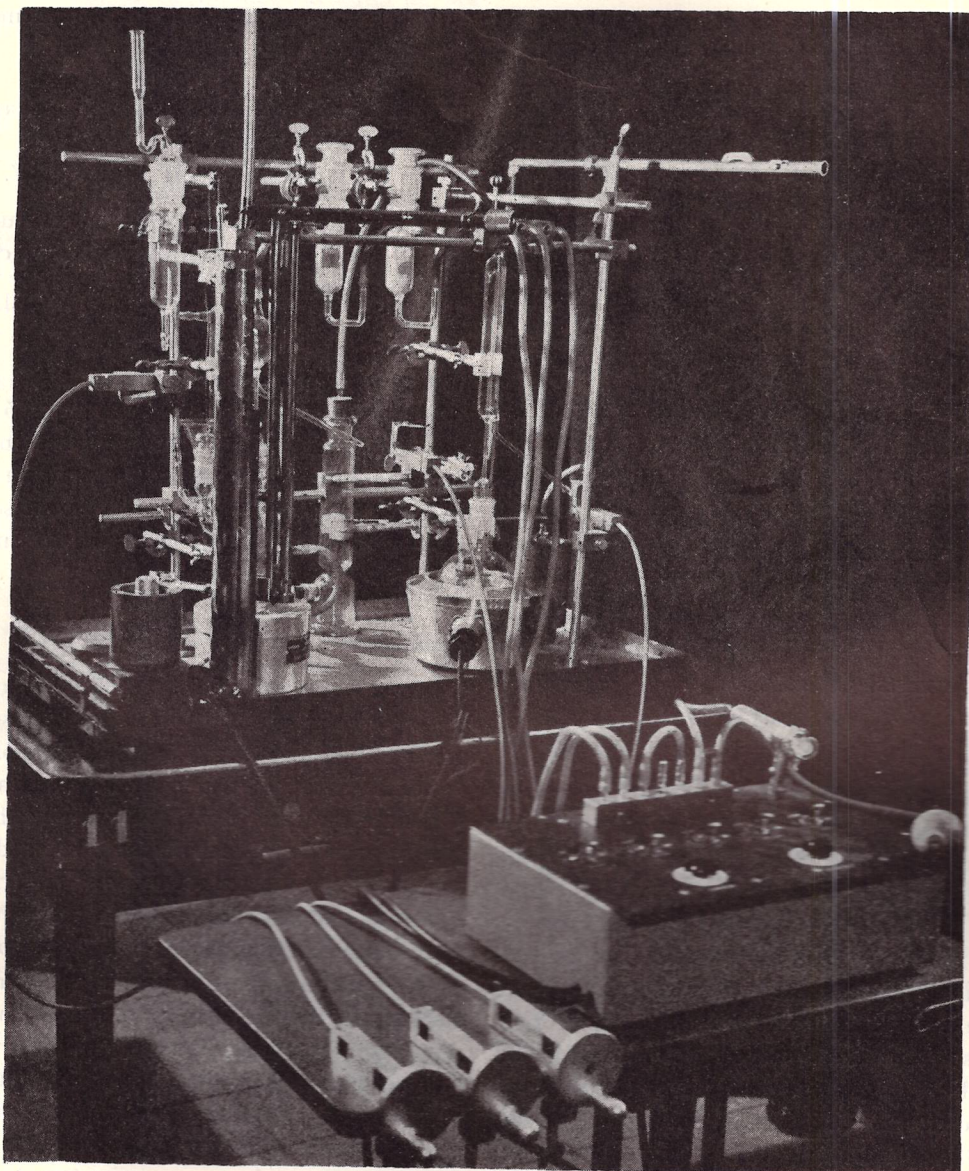


Fig. 3

del proceso es aproximadamente de una hora. El coloide se esteriliza manteniéndolo 30 min en autoclave a 110° y 1.75 atm de presión.

La estabilidad del coloide lograda con este método es elevada. El tamaño de las partículas oscila entre los 150 y 300 Å y el pH es aproximadamente 6. Las pruebas de toxicidad y pirógenos dan resultados negativos. Hasta el momento este aparato

se lavan con ácido nítrico concentrado, alcohol y éter. Una vez así tratados se irradian en el reactor RA 1, dentro de un tubo de polietileno. Luego de la irradiación, los cilindros de oro son pasados a un pequeño frasco de vidrio Pyrex y se esterilizan.

También se preparan estas mismas semillas con una cubierta de platino de 0.1 mm de espesor, que

tiene por objeto filtrar aproximadamente el 90% de las radiaciones beta del Au-198.

En ambos casos la actividad obtenida por semilla es de alrededor de 5 mC.

Semillas de este tipo ya han sido usadas en la Argentina por centros de tratamiento con radioisótopos.

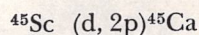
CALCIO-45 SIN PORTADOR

Período de semidesintegración: 164 días

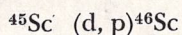
Radiaciones: beta de 0.25 MeV.

No presenta rayos gamma.

Se ha puesto a punto un método para obtener Ca-45 sin portador mediante la reacción nuclear:



Se produce simultáneamente radioescandio, cuyo período de semidesintegración es 84 días, por la reacción:



Como consecuencia de sus radiaciones beta y gamma, el trabajo hasta la separación de la fracción escandio debe realizarse con la debida protección. En cambio, no presenta problemas el siguiente trabajo con la actividad de Ca-45, pues éste es un emisor beta débil.

El radiocalcio sin portador se está empleando en una serie de trabajos de investigación sobre el metabolismo animal del calcio.

Técnica:

Se irradia óxido de escandio con deuterones y se deja decaer la actividad de la muestra irradiada por unos 15 días. El óxido se disuelve posteriormente en ácido clorhídrico calentando suavemente en un vaso de precipitados de 250 ml cubierto por un vidrio de reloj para evitar proyecciones. Estas operaciones se efectúan detrás de un blindaje de plomo. Lograda la disolución se precipita el escandio con solución de hidróxido de amonio al 10% libre de CO₂. Para evitar una posible coprecipitación de Ca-45 se agregan previamente a la precipitación del escandio 100 mg de portador bario. Se centrifuga el precipitado de hidróxido de escandio. En la solución sobrenadante se encuentran el bario y el calcio. De este líquido se precipita la totalidad del bario como carbonato, con solución al 10% de carbonato de amonio en caliente. En el precipitado coprecipita el Ca-45. Se filtra y se disuelve el precipitado en ácido clorhídrico al 10%. Se lleva luego hasta casi sequedad y se trata con ácido clorhídrico concentrado saturado de éter etílico. De esta manera se disuelve únicamente el Ca-45. La solución éter-ácida se eva-

para cuidadosamente sobre una plancha de hierro caliente. Una vez evaporada se disuelve en agua destilada.

Resultados:

Por irradiación de 170 mg de óxido de escandio espectroscópicamente puro, durante 19 h con una intensidad de haz de 10 μA se obtiene una actividad de 2 μC de Ca-45 radioquímicamente puro.

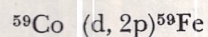
HIERRO-59

Período de semidesintegración: 45.1 días

Radiaciones: beta 0.462 a 1.56 MeV.

gamma 0.191 a 1.29 MeV.

Este radioisótopo se produce en nuestro laboratorio irradiando cobalto en el sincrociclotrón con deuterones:



Como blanco se utiliza una chapita delgada de cobalto puro de 2 cm de largo por 0.5 cm de ancho; el radiohierro se obtiene puro mediante separación química. El Fe-59 por su período de semidesintegración y radiaciones, puede ser utilizado muy ventajosamente en la investigación hematológica.

Técnica:

En un vaso de vidrio de 250 ml el cobalto irradiado se ataca con ácido nítrico 2N; se agita lentamente y se deja en reposo hasta disolución completa. La solución se evapora a sequedad cuidando de evitar proyecciones. Después de enfriar el residuo se trata con 10 ml de ácido clorhídrico exento de hierro y se lleva a sequedad. Se enfría y se trata del mismo modo el número de veces que sea necesario hasta eliminar totalmente los vapores nitrosos.

El residuo seco se disuelve en 10 ml de ácido clorhídrico 6N, se agregan 5 mg de hierro portador y se transfiere a una ampolla de decantación que contiene 15 ml de éter etílico puro. Se agita fuertemente y repetidas veces para extraer el hierro, que pasa a la fase etérea; ésta se transfiere a otra ampolla en la que se agita con 15 ml de agua para reextraer el hierro. La fase acuosa se separa y se le agrega ácido clorhídrico hasta concentración 6N y 10 mg de cloruro cobaltoso, como portador de retención. Vuelve a extraerse el hierro con éter. Se repite la extracción etérea 2 veces más, en las condiciones antes indicadas para asegurar la pureza radioquímica del Fe-59.

Para realizar las extracciones se trabaja con un sencillo dispositivo que permite agitar la ampolla de vidrio sin que el operador quede expuesto a

las radiaciones. Se ha proyectado un pequeño aparato que permitirá una extracción continua.

Resultados:

Irradiación en el sincrociclotrón con un haz de 10 μ A durante cuatro horas, se obtienen 20 μ C de Fe-59. Está en estudio la variación del rendimiento en función de cantidades variables de portador hierro.

Iodo-131

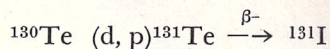
Período de semidesintegración: 8.05 días

Radiaciones: beta 0.250 a 0.810 MeV.

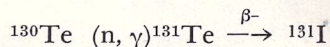
gamma 0.284 a 0.722 MeV.

Se ha puesto a punto un método que permite obtener I-131 de alta actividad específica. Las reacciones nucleares que se han utilizado para la obtención de este nucleído son:

a) En el sincrociclotrón, irradiando telurio con deuterones:



b) En el reactor, irradiando telurio:



El método de procesamiento se basa en la disolución del telurio en una mezcla oxidante, con posterior reducción por ácido oxálico y destilación del yodo radiactivo. (4)

Aparato:

Se lo ha diseñado para que permita realizar las operaciones químicas mediante manejo a distancia, con lo que se evita la exposición del operador a las radiaciones. Estos requerimientos se han tenido muy en cuenta, ya que con este aparato se procesarán las altas actividades de I-131 que se produzcan en el futuro reactor.

La demanda de I-131 es muy grande pues se lo utiliza en diagnóstico y tratamiento del bocio, así como en la radioterapia del cáncer de tiroides.

El esquema del aparato se muestra en la Fig. 4. Está construido en vidrio Pyrex y montado detrás de una pared de plomo, a través de la cual se lo puede manejar por medio de manipuladores.

El balón 1 se halla provisto de una espiral refrigerante *a* y de dos bocas, por una de las cuales se introducen los reactivos, insertándose en la otra un refrigerante a reflujo *C*₁, que se continúa en otro *C*₂ hasta el balón 2. Una prolongación de este refrigerante hace que el destilado de 1, sea recogido por el contenido del balón 2. La boca *b* po-

see una tapa esmerilada cuya forma especial permite levantarla desde una distancia prudente. Con la otra boca del balón 2 se une el refrigerante *C*₃ que va al balón 3; un tapón esmerilado en *c*, permite la adición de reactivos. Por la otra boca del balón 3 penetra el refrigerante *C*₄ cuyo extremo superior, conectado a una bomba de vacío, per-

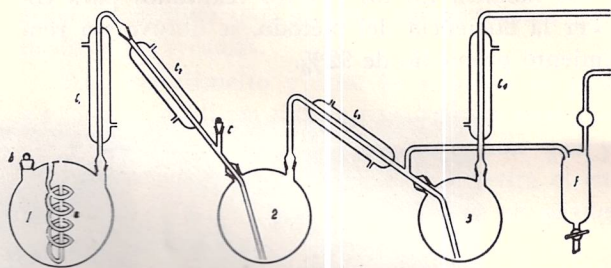


Fig. 4

mite en un momento dado generar una corriente de aire, que puede penetrar por cualquier sección del aparato; dicha corriente de aire se utiliza para enfriar o para facilitar la mezcla de los reactivos agregados, por burbujeo.

Procedimiento:

El telurio irradiado se introduce cuidadosamente en el balón 1 por la boca *b*, donde la mezcla de ácidos crómico y sulfúrico lo disuelve por completo en caliente, luego de lo cual, el telurio y el yodo se encuentran al estado de ácido telúrico y iódico respectivamente. Se enfría a temperatura ambiente haciendo pasar agua fría por la espiral refrigerante y aire frío a través del balón 1. La posterior reducción con ácido oxálico puede ser muy violenta y debe ser cuidadosamente controlada. El yodo se encuentra al estado de yodo libre y puede ser destilado hacia el balón 2, para lo cual se corta la circulación de agua del refrigerante *C*₁, vaciando su contenido y se lleva a ebullición la mezcla del balón 1. En el balón 2, el yodo destilado se pone en contacto con una solución diluida de hidróxido de sodio, en la que se ha hecho burbujear dióxido de azufre; esta solución reduce al yodo al estado de yoduro.

Para separar las impurezas que, debido al arrastre mecánico, pudieran haber pasado junto con el yodo, se oxida éste con permanganato de potasio y se repite la reducción con ácido oxálico para su posterior destilación. La mezcla destilada al balón 3 se hierve para eliminar el exceso de dióxido de azufre. Por medio de vacío se trasvasa a *F*, donde se lleva a pH 7.

El I-131 queda así en condiciones de ser utilizado para fines médicos.

Resultados obtenidos:

Este método de producción demostró su eficacia en la obtención de ^{131}I libre de portador en la forma de una solución de yoduro de sodio radioquímicamente pura y libre de pirógenos, apta para el uso médico. En los ensayos realizados para conocer la eficiencia del método, se obtuvo un rendimiento promedio de 92%.

Radiaciones: beta 1.71 MeV.

gamma no tiene.

El P-32 es muy empleado en el tratamiento de la leucemia y la policitemia vera así como de ciertas lesiones oculares y de la piel. Con miras a su producción en el reactor de flujo alto, se ha desarrollado una técnica que permite obtenerlo libre de portador, irradiando azufre con neutrones rápidos en reactor:

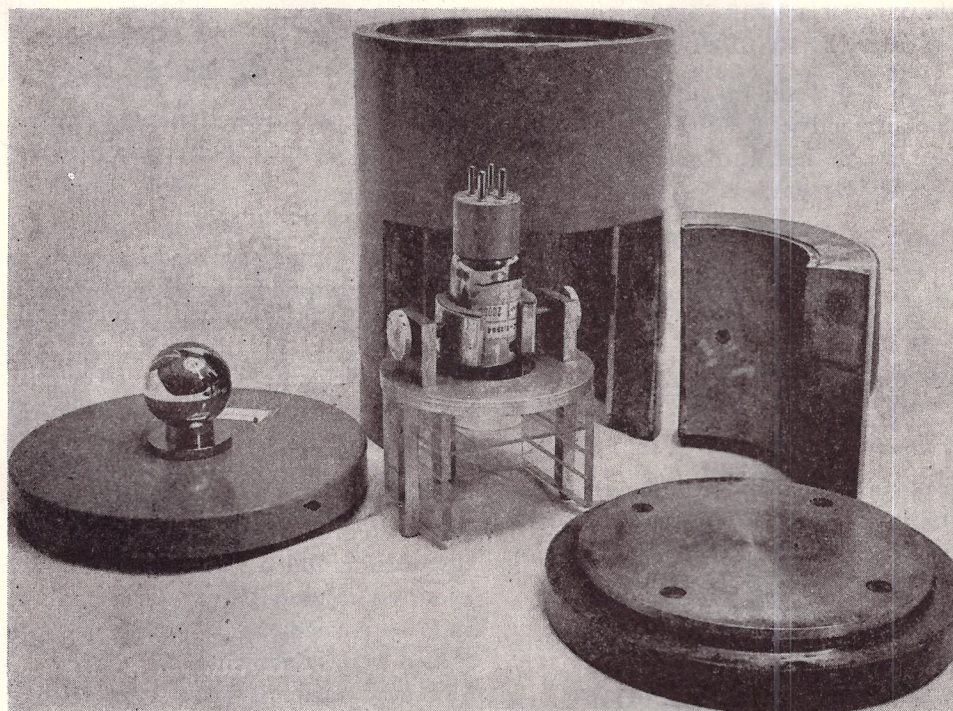
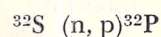


Fig. 5

Para el cálculo del mismo se partió de una solución de yoduro de sodio de actividad conocida y libre de portador.

Las numerosas irradiaciones realizadas en el reactor y en el sincrociclotrón nos ha permitido trabajar con actividades del orden de microcuries, insuficientes para un trabajo en escala comercial, pero suficientes para estudiar y poner a punto las diversas etapas del proceso.

Es de hacer notar que el aparato diseñado, por la eliminación total de las llaves esmeriladas, facilita el control a distancia de las diversas operaciones, y su sistema cerrado impide pérdidas de actividad, obteniéndose así altos rendimientos en la separación química.

FÓSFORO-32

Período de semidesintegración: 14.5 días.

El método desarrollado se basa en la extracción con agua del P-32 disolviendo el azufre irradiado en sulfuro de carbono.

Técnica y resultados:

El azufre irradiado se disuelve en sulfuro de carbono puro, se agregan 50 ml de agua destilada y se agita fuertemente durante noventa minutos. Se evapora el sulfuro de carbono calentando el sistema a baño maría y una vez eliminado por completo, se filtra y lava el azufre separado, encontrándose en el filtrado el P-32 al estado de fosfato.

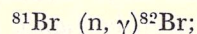
Se irradiaron en el reactor RA 1 dos gramos de azufre durante 24 h obteniéndose 20 μC de P-32, con un rendimiento de extracción de 85%.

BROMO-82

Período de semidesintegración: 35.9 h

Radiaciones: beta 0.44 MeV.
gamma de 0.55 a 1.31 MeV.

Este radioisótopo se produce en relativa abundancia, por captura radiante de neutrones, cuando se irradia bromo o sus compuestos con neutrones térmicos:



junto con él se producen también ^{80}Br (dos isómeros, de 4.4 h y 17.6 min de período). La utilidad del bromo-82 reside en su carácter químico (halógeno) y su período corto, que permiten usarlo

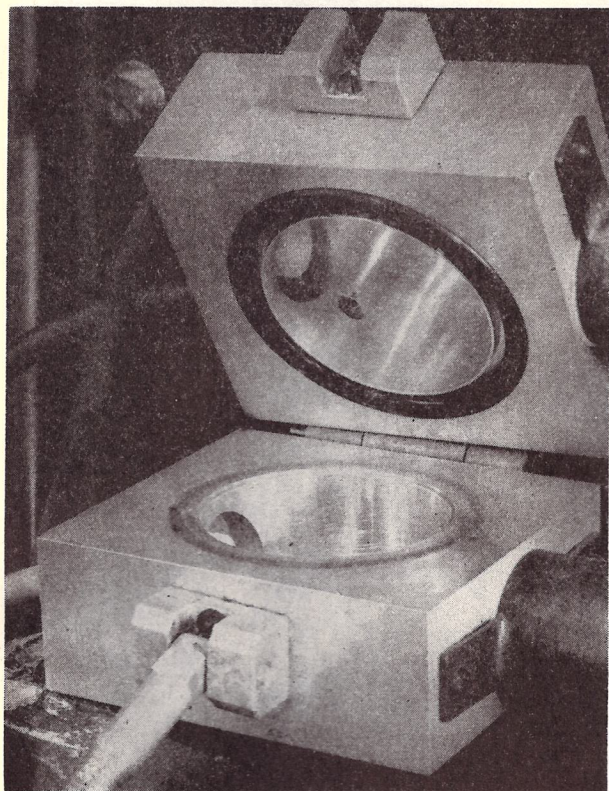


Fig. 6

a la manera del sodio-24, para irradiación generalizada de organismos, por su repartición en los humores, para estudios fisiológicos, o como trazador químico.

El blanco conveniente es bromo, o bien bromuro o bromato de amonio, que no agregan a la actividad del bromo ninguna otra de período superior a medio minuto. La activación obtenida en el reactor RA 1 según el cálculo, para flujo de $10^9 \text{ cm}^{-2} \text{ seg}^{-1}$ y una irradiación de 35.9 h (un período), corresponde a $174 \mu\text{C}$ por g de bromo.

Cualquiera que sea la sustancia activada, puede emplearse sin necesidad de separación química ulterior.

La actividad específica del radiobromo puede aumentarse, cuando se irradia bromato, aprovechando el efecto Szilard-Chalmers. Este enriquecimiento fue estudiado, adoptándose el siguiente procedimiento, que sigue investigaciones de Libby (5).

El bromato irradiado, preferiblemente de sodio o de amonio, se disuelve en el mínimo volumen de agua tibia, enfriando el exterior del recipiente a medida que se agita enérgicamente para disolver los cristales.

Una vez disuelto y frío, la solución se pasa, a través de un filtro rápido para retener cualquier insoluble, a una ampolla de decantación que ya contiene 1 ml de agua de bromo. Se retira el embudo con el filtro, e inmediatamente se añaden 25 ml de cloroformo.

Se agita fuertemente para extraer con el cloroformo el bromo y el radiobromo desligado por efecto Szilard-Chalmers; el cloroformo es separado de la fase acuosa, lavado en otra ampolla con un poco de agua destilada y agitado con unos 10 ml de solución diluida de bisulfito de sodio, que re-extrae el bromo al estado de bromuro. La fase acuosa se separa del cloroformo y se lava con otra porción de cloroformo limpio. Las medidas de volumen dadas son las convenientes para 10 g de bromato.

Por este método el enriquecimiento de la actividad específica puede alcanzar el orden de 10^3 , dependiendo de la cantidad de agua de bromo añadida y del tiempo empleado en las diferentes etapas del proceso; no es difícil mantenerlo por debajo de los quince minutos.

Como el procedimiento es muy rápido, puede prescindirse sin mucho riesgo de la manipulación a distancia, limitándose a las precauciones propias de la técnica "de vaso y pinza". Para casos en que la actividad alcanzara un nivel poco seguro se han proyectado medios de telemanipulación, pero al tiempo de redacción de este trabajo no se han puesto todavía a prueba.

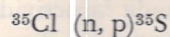
AZUFRE-35

Período de semidesintegración: 87 días.

Radiaciones: beta 0.167 MeV.

gamma, no tiene.

Se ha desarrollado un método para obtener S-35 libre de portador. Se irradia cloruro de potasio con neutrones rápidos en el reactor:



Durante la irradiación se forman también otras actividades principalmente P-32 y K-40, que inter-

fieren en la pureza radioquímica del S-35; estas impurezas son separadas mediante el uso de resinas de intercambio.

Técnica y resultados:

Para fijar el P-32 como fosfato se trata una resina Dowex 50 (forma +H) de la manera siguiente. Se hace pasar por ella una solución 1 N de cloruro férrico en ácido clorhídrico 0.1 N. Una vez saturada, se lava con agua destilada y se hace pasar una solución de hidróxido de amonio 2N. Se lava con abundante agua destilada.

En un vaso se disuelve el cloruro de potasio llevando a ebullición en presencia de pocos mililitros de agua oxigenada. Se enfría, se agregan 5 mg de portador fosfato y se pasa por la resina, preparada en la forma descrita, a razón de 1 ml por min; el fosfato queda adsorbido y el resto de la solución se pasa por otra columna con resina Dowex 50 común (forma +H) que fija el K-40. La solución resultante se lleva a sequedad para eliminar el ácido clorhídrico, y el S-35 adsorbido a las paredes en forma de sulfato, se vuelve a la solución calentando suavemente con ácido clorhídrico diluido.

Se irradió en el reactor durante 24 h 1 g de cloruro de potasio, obteniéndose 5 μ C de S-35. Este método; aun en desarrollo, se podrá emplear seguramente en la obtención de cantidades comerciales de S-35 una vez que se cuente con el reactor apropiado.

CALIBRACIÓN DE ACTIVIDADES

Cuando se necesita conocer con buena aproximación la intensidad de los isótopos obtenidos se recurre a la medición directa de la actividad absoluta de una cantidad conocida de material, o a la comparación, en condiciones estrictas, con patrones calibrados con precisión.

La medición práctica y rápida, en que una gran exactitud no es exigida, se realiza normalizando un procedimiento comparativo contra patrones medidos con cuidado, preferiblemente del mismo nucleído que interesa calibrar.

MEDICIONES ABSOLUTAS

Nuestro grupo de trabajo utiliza dos métodos. Uno de ellos consiste en medición con tubo Geiger-Müller de ventana muy fina, siguiendo la técnica de Zumwalt-Pappas, de la actividad beta de fuentes "puntuales" montadas sobre delgadísimas películas de derivado celulósico.

El método exige calcular o averiguar experi-

mentalmente el factor de geometría, es decir, el ángulo sólido subtendido entre la fuente y la ventana del tubo contador, e introducir una serie de factores de corrección por la influencia de diversos efectos, que obran sobre la medición de la radiación beta, causando ya un aumento aparente, ya una disminución de la misma. La instalación utilizada se muestra en la Fig. 5.

El segundo método de medición absoluta, aplicable a radiaciones beta o alfa, consiste en la uti-

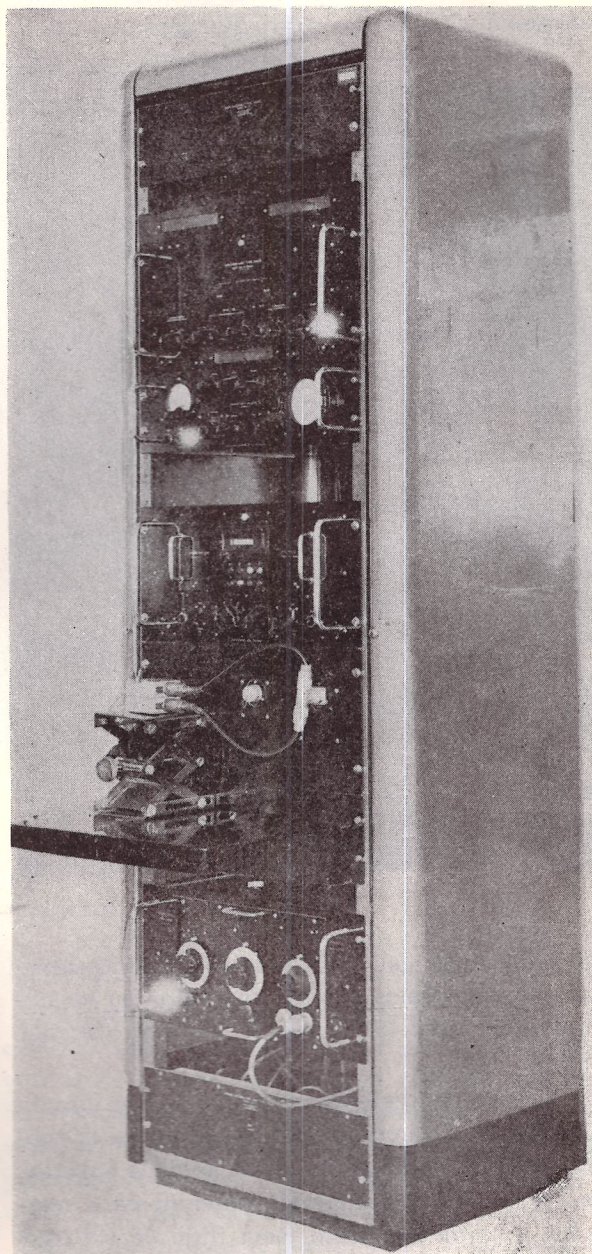


Fig. 8

lización de un contador de geometría 4π . Nuestro laboratorio utiliza un contador construido en los talleres de la Comisión Nacional de Energía Ató-

mica que se muestra en la Fig. 6. Es de duraluminio, con partes aislantes de teflón y dos conexiones independientes coaxiales que llevan tensión a los dos filamentos de tungsteno de 0.2 mm de diámetro, correspondientes a las mitades superior e inferior del contador. El instrumento funciona como contador de flujo gaseoso, en la zona proporcional, y sus pulsos son registrados mediante un equipo E. K. Cole, compuesto de fuente de tensión, preamplificador, amplificador y escalímetro; el equipo incluye un osciloscopio o monitor que rinde servicios auxiliares. Puede verse en la Fig. 7.

El gas usado dentro del contador 4π es directamente el gas natural, procedente de los yacimientos petrolíferos patagónicos, que se utiliza como combustible doméstico en la ciudad de Buenos Aires (metano: aproximadamente 90%). Previamente el pasaje por el contador el gas es depurado por medio de gel de sílice y cal sodada.

Las muestras son depositadas como películas finísimas sobre membranas muy delgadas de derivado celulósico (espesor del orden del micrón),

montadas sobre un anillo de aluminio y recubiertas con un depósito de aluminio vaporizado al vacío y condensado sobre las membranas, con el objeto de hacerlas conductoras.

Este soporte con el depósito de la sustancia emisora se coloca intercalado entre las dos mitades sensibles del contador 4π , de manera que el radionucleido queda prácticamente suspendido en el centro. La escasa absorción producida por el "film" celulósico puede conocerse haciendo mediciones independientes con las dos mitades sensibles del contador.

BIBLIOGRAFÍA

1. RODRÍGUEZ PASQUÉS, R. Comisión Nacional de Energía Atómica, *Boletín Informativo*, año II, N° 7, pág. 5 (julio de 1958).
2. HOLLBACH, N., YAFFE, *Canadian Journal of Chemistry*, 34, 1508-9 (1956).
3. HUDSWELL, F., MILES, B. J., PAYNE, B. R. y TAYLOR, K. S. *A. E. R. E. Report*, 1/R 1241 (1954).
4. TAUGBOL, K. y BLEX, J. J. *E. N. E. R. Report* N° 18, (1953).
5. LIBBY, W. F., *J. Am. Chem. Soc.* 62, 1930 (1940).

MINERALES NO METÁLICOS EN LA INDUSTRIA QUIMICO-METALURGICA DE MEXICO. ALGUNOS DESARROLLOS TECNOLOGICOS DE INTERES INDUSTRIAL*

POR

MANUEL PUEBLA JR.

Instituto Mexicano de Investigaciones Tecnológicas
Sección de Química Mineral y Metalúrgica
México, D. F., México

RESUMEN

En el presente trabajo las materias primas minerales no metálicas consideradas se han agrupado de acuerdo con su utilización en la industria siderúrgica, de fertilizantes, de ácido sulfúrico y de álcalis. Únicamente se tomaron en cuenta aquellas materias primas no metálicas que desempeñan un papel importante en el desarrollo de la industria químico-metalúrgica mexicana.

Como un primer enfoque en la presentación de este estudio se incluye un panorama general de la situación en México de las materias primas mencionadas, en lo que se refiere a su producción, con-

sumo interno, exportación e importación. El carbón mineral, la caliza, las arcillas y caolines, las arenas, las magnesitas y dolomitas, la roca fosfórica, las sales de potasio, el azufre y la sal común, constituyen las principales materias primas minerales no metálicas a las que se hace mención.

El segundo aspecto de este trabajo se refiere a un análisis somero de los proyectos de investigación que en el campo de minerales no metálicos está realizando el Instituto Mexicano de Investigaciones Tecnológicas en su Sección de Química Mineral y Metalúrgica. En este sentido, se presenta un resumen de las metas y avances tecnológicos logrados en la investigación de las alunitas de Guanajuato, para la obtención de alúmina y sales de potasio; de las fosforitas de Nuevo León para la

* Trabajo presentado en el Séptimo Congreso Latinoamericano de Química. Marzo-Abril, 1959. II-20-A.