

REPUBLICA ARGENTINA  
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA

---

INFORME N.º 145

Preparación del Ferrocianuro de  
Potasio Marcado con  $^{59}\text{Fe}$

por

Roberto O. Marqués

---

BUENOS AIRES

1965

---

---

PREPARACION DE FERROCIANURO DE POTASIO MARCADO CON  $^{59}\text{Fe}$

Roberto O. Marqués

RESUMEN

El ferrocianuro de potasio, marcado con  $^{59}\text{Fe}$  fué preparado partiendo de solución de  $^{59}\text{Fe}^{+++}$  y cloruro férrico como portador inactivo, posterior reducción y complejamiento del ion ferroso obtenido.

El método permite obtener el ferrocianuro en solución o cristalizado con un rendimiento superior al 99%.

La determinación de la pureza radioquímica del compuesto obtenido fué llevada a cabo por cromatografía ascendente sobre papel y por electroforesis.

Se trató por medio de estas técnicas de investigar la presencia de posibles substancias activas impurificantes (ion ferroso o férrico y ferricianuro), lográndose la separación por electroforesis del ferrocianuro, ferricianuro y ion ferroso y por cromatografía de los iones ferroso, férrico de ferro y ferricianuro.

La pureza radioquímica del compuesto es mayor del 99%.

SUMMARY

$^{59}\text{Fe}$  labelled potassium ferrocyanide has been prepared by reduction of  $^{59}\text{FeCl}_3$  and treatment with potassium cyanide. The chemical yield was higher than 90%.

To test its radiochemical purity has been developed a method for separating, by paper chromatography and electrophoresis, the possible active impurities: ferricyanide and ferric and ferrous ions.

Ferro and ferricyanide have been separated from ferric and ferrous ions by ascending chromatography using as a solvent methyl ethyl ketone-hydrochloric acid (92: 8).

By electrophoresis ferrocyanide has been separated from ferricyanide and ferrous or ferric ions.

The radiochemical purity, as tested by these methods, has been greater than 99%.

La finalidad del presente trabajo fué la de obtener ferrocianuro de potasio ( $^{59}\text{Fe}$ ) mediante un método simple y que al mismo tiempo no hiciera necesario un excesivo manipuleo del ion ferroso (dada su facilidad de oxidación). Puesto que el  $^{59}\text{Fe}$  que se obtiene comercialmente se encuentra en estado férrico, se utilizó como portador inactivo el cloruro férrico, procediéndose a la reducción del conjunto con ácido ascórbico. Fué utilizada esta sustancia como agente reductor pues experimentos previos indicaron su acción rápida y total, y por presentar la ventaja de no introducir aniones o cationes que posteriormente interfiriesen.

El complejamiento del ion ferroso así obtenido se llevó a cabo en medio alcalino, con cianuro de potasio. El exceso de este reactivo fué eliminado por calentamiento, en medio ácido.

Se estudiaron finalmente los métodos analíticos necesarios para asegurar la pureza radioquímica del preparado.

#### PARTE EXPERIMENTAL

Como material radioactivo para la síntesis fué utilizada una solución de  $^{59}\text{FeCl}_3$  de 5,26 uCi/mg Fe, siendo la actividad usada en cada experiencia de 50 uCi (dicha actividad puede variarse de acuerdo a las necesidades).

La misma fué colocada en un vaso de 50 ml. Se agregaron 1 ml de agua destilada (completando un volumen de 3 ml) y 100 mg de  $\text{Cl}_3\text{Fe} \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ . A la solución resultante se le añadieron 70 mg de ácido ascórbico. Se agitó el conjunto y se alcalinizó (pH 8) con solución de KOH 2 M.

Inmediatamente se agregaron 500mg de CNK y se calentó hasta lograr una solución clara. Se aciduló con solución de  $\text{Cl H O.5 N}$  y se mantuvo en ebullición durante 2-3 minutos, luego de lo cual, y previo enfriamiento, se agregó alcohol etílico (cantidad suficiente para que comience la precipitación del ferrocianuro de potasio ( $^{59}\text{Fe}$ ) dejándolo luego cristalizar a  $0^\circ\text{C}$ .

Se filtró a presión reducida, manteniendo el pasaje de aire hasta total eliminación del alcohol. Previa disolución en una pequeña cantidad de agua caliente y filtración, se recristalizó el preparado.

El rendimiento fué superior al 90% y la actividad específica del compuesto obtenido de 0,35 uCi/mg de ferrocianuro de potasio.

## PUREZA RADIOQUIMICA

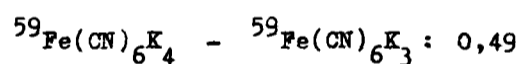
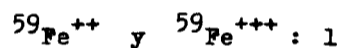
Una reducción incompleta del ion  $\text{Fe}^{+++}$ , daría origen a la formación de ferricianuro de potasio ( $^{59}\text{Fe}$ ) y una reacción parcial permitiría que en solución existiesen iones ferrosos o férricos o la formación de pequeñas cantidades de ferro o ferricianuros de hierro.

La identificación de las posibles entidades químicas activas que impurificarían el producto ( $^{59}\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$ ,  $^{59}\text{Fe}^{+++}$ ,  $^{59}\text{Fe}^{++}$ ) fué llevada a cabo mediante cromatografía de partición sobre papel y por electroforesis.

En el primer caso se empleó la técnica ascendente monodimensional sobre papel Whatman 3MM.

Luego de ensayar varios disolventes se logró una neta separación de  $^{59}\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$  ó  $^{59}\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_4$  de  $^{59}\text{Fe}^{++}$  ó  $^{59}\text{Fe}^{+++}$  con metiletilcetona-ácido clorhídrico concentrado (92-8).

La identificación de los compuestos activos sobre los cromatogramas se llevó a cabo mediante barrido de los mismos con un tubo G.M. de ventana conectado a un registrador gráfico y la de los compuestos inactivos por vaporización de los cromatogramas con solución de sal ferrosa, (medio ácido clorhídrico) para ferricianuros, y con solución férrica (medio ácido) para ferrocianuro. Los valores de los Rf obtenidos fueron:



Para el compuesto obtenido por el procedimiento descrito anteriormente se detectó sobre el cromatograma una única zona activa, correspondiente a un Rf de 0,49.

Por electroforesis sobre papel Whatman 3MM (para la misma se utilizó solución reguladora pH 7,2 con una intensidad de corriente de 10 mA y una diferencia de potencial de 10V/cm), fué posible separar  $\text{Fe}^{++}$  ó  $\text{Fe}^{+++}$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$  y  $\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_4$ .

Se sembró solución de  $^{59}\text{Fe}^{++}$  y  $^{59}\text{Fe}^{+++}$ , ferricianuro de potasio y ferrocianuro de potasio: los desplazamientos (en todos los casos hacia el ánodo), al cabo de dos horas fueron:

6

$\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_4$  : 15 cm

$\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$  : 17 cm

$^{59}\text{Fe}^{++}$  y  $^{59}\text{Fe}^{+++}$  : 1,5 cm

Para los compuestos inactivos, como en el caso anterior, la identificación se llevó a cabo químicamente.

Para el ferrocianuro de potasio ( $^{59}\text{Fe}$ ) corrido en idénticas condiciones se encontró un desplazamiento de 15 cm.

Para comprobar la separación de los componentes de una posible mezcla por medio de esta técnica, se sembró en el mismo papel solución de  $^{59}\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_4$ ,  $\text{Fe}(\text{CN})_6\text{K}_3$  y  $^{59}\text{Fe}^{++}$  ó  $^{59}\text{Fe}^{+++}$  (libre de portador) coincidiendo los desplazamientos de los diferentes compuestos identificados con los citados previamente.

La pureza radioquímica del compuesto preparado, determinada por los métodos anteriormente descritos, fué del 99%.