



SEPARAÇÃO DO  $P^{32}$  A PARTIR DE ENXÔFRE IRRADIADO

*HERMANN K. RETTER e CONSTÂNCIA PAGANO G. DA SILVA*

PUBLICAÇÃO I.E.A. N.º **103**

Agosto — 1965

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA**

Caixa Postal 11049 (Pinheiros)  
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"  
SÃO PAULO — BRASIL

SEPARAÇÃO DO P<sup>32</sup> A PARTIR DE ENXÔFRE IRRADIADO

por

Hermann K. Retter e Constância Pagano G. da Silva

Divisão de Radioquímica, Instituto de Energia Atômica  
São Paulo, Brasil

Publicação IEA nº 103

Agosto - 1965

Comissão Nacional de Energia Nuclear

Presidente: Prof. Luiz Cintra do Prado

Universidade de São Paulo

Reitor: Prof. Luiz Antonio da Gama e Silva

Instituto de Energia Atômica

Diretor: Rômulo Ribeiro Pieroni

Conselho Técnico-Científico do IEA

Prof. Hélio Lourenço de Oliveira	)	
Prof. Walter Borzani	)	pela USP
Prof. Rui Ribeiro Franco	)	
Prof. Theodoreto H.I. de Arruda Souto	)	pela CNEN

Divisões Didático-Científicas:

Div. de Física Nuclear: Prof. Marcello D.S. Santos

Div. de Engenharia de Reatores: Prof. Tharcísio D.S. Santos

Div. de Ensino e Formação: Prof. Luiz Cintra do Prado  
(licenciado)

Div. de Radioquímica: Prof. Fausto Walter de Lima

Div. de Radiobiologia: Prof. Rômulo Ribeiro Pieroni

Div. de Metalurgia Nuclear: Prof. Tharcísio D.S. Santos

Div. de Engenharia Química: Prof. Kazimierz J. Brill

# SEPARAÇÃO DO P<sup>32</sup> A PARTIR DE ENXÔFRE IRRADIADO

por

Hermann K. Retter e Constância Pagano G. da Silva

## RESUMO

Neste trabalho apresenta-se um método de obtenção de fósforo radioativo livre de carregador, a partir de enxôfre elementar irradiado.

O P<sup>32</sup> formado na irradiação é extraído com uma solução de ácido clorídrico e octanol, a quente sob agitação. A solução é em seguida percolada por resina catiônica a fim de eliminar impurezas eventuais existentes no enxôfre.

O rendimento da extração é de cerca de 85%.

## RÉSUMÉ

On présente une méthode d'obtention de phosphore-32 sans entraîneur, par irradiation du soufre élémentaire.

Le P<sup>32</sup> formé est extrait à chaud et par agitation avec une solution d'acide chloridrique et octanol. La solution est ensuite passée sur une colonne de resine échangeuse de cations qui retient les impuretés du soufre.

Le rendement d'extraction est d'environ 85%.

## SUMMARY

This paper describes one procedure designed for the carrier-free P<sup>32</sup> production by neutron irradiation of elemental sulfur.

The induced radiophosphorus is extracted from the irradiated sulfur by stirring with a hot hydrochloric acid-octanol mixture. The obtained solution is passed through a cationic resin for the separation of probable existing metallic impurities. The extraction yield is approximately 85%.

### INTRODUÇÃO

O fósforo-32 é obtido pela reação  $S^{32} (n,p) P^{32}$  submetendo o enxôfre a um fluxo de neutrons rápidos. O fósforo-32 pode ser separado e purificado por inúmeros métodos: utilizando lixiviação do enxôfre com ácido nítrico (1,2) ou usando misturas de ácido e anidrido acético (3). Outros métodos ainda, baseiam-se na destilação seca sob vácuo (Saclay - França) ou na dissolução em solventes orgânicos (4,5) do enxôfre irradiado.

Até o momento no IEA adota-se um método elaborado por Lima, Atalla e Abrão (6) que parte do sulfato de magnésio irradiado.

Entretanto, dos procedimentos acima citados, alguns exigem aparelhagem de preço elevado, outros requerem um processamento laborioso, até a obtenção do produto final com pureza exigida para utilização quer em medicina quer em pesquisas.

A fim de sanar essas dificuldades procuramos elaborar um método que nos permitisse a obtenção do  $P^{32}$  de u'a maneira bastante simples e rotineira, utilizando apenas aparelhagem de vidro e reagentes de fácil aquisição. O método consiste na irradiação do enxôfre e extração do fósforo-32 formado, com ácido clorídrico e octanol-2, seguido de purificação por percolação em coluna de resina.

### PARTE EXPERIMENTAL

#### Irradiação

Amostras de 9 g de enxôfre, colocadas em recipientes de

alumínio são irradiadas durante 24 horas semanais (oito horas diárias) em um fluxo de neutrons rápidos de cerca de  $10^{12}$  n/seg.  $\text{cm}^2$  no reator tipo piscina IEAR-1 no elemento EIS-37, (EIS: elemento com as características de um elemento combustível, é ôco e com dispositivo especial para colocar amostras).

### Processamento

O material irradiado é recebido em um balão de duas bocas (uma para entrada do enxôfre irradiado, outra para o condensador, Fig. 1). O enxôfre é deixado em contacto com 30 ml de ácido clorídrico 0,05 N durante cerca de meia-hora, com a finalidade de remover quaisquer impurezas presentes. A perda de  $\text{P}^{32}$  nesta remoção é da ordem de 1%.

A solução acima é removida e desprezada e, adiciona-se ao balão 20 ml de ácido clorídrico 0,1 N com 2 ml de octanol-2 e, sob agitação e aquecimento, deixa-se em refluxo cerca de três horas, após o que o octanol é eliminado por destilação. A solução contendo o fósforo-32 é resfriada e transferida, através de uma placa porosa de vidro, para um final de separação, conectado a uma coluna de 1,5 cm de diâmetro e 15 cm de altura, contendo resina catiônica Amberlite-IRA-120 de granulação 50 mesh, na forma hidrogênio. A velocidade de percolação é de aproximadamente 10 gotas por minuto.

Faz-se uma segunda extração do fósforo-32 juntando-se ao balão de duas bocas, nova porção de 20 ml de ácido clorídrico 0,1 N e 1,5 ml de octanol-2, e repete-se a operação anterior incluindo a passagem pela resina.

As soluções percoladas passam a um balão de concentração e evapora-se até quase a secura. Junta-se então 2 ml de água oxigenada a 110 volumes, a fim de eliminar matéria orgânica, 10ml de água destilada e evapora-se novamente. O ácido fosfórico é tratado com água destilada e recolhido. A atividade total de  $\text{P}^{32}$  obtida nessas condições é de aproximadamente 20 mc. Os rendimentos das duas ex-

trações, em algumas experiências são apresentados na Tabela I.

### Verificação da pureza

A pureza radioativa do produto final foi verificada por curva de absorção em alumínio e pela determinação de meia-vida, utilizando nas determinações um contador a fluxo de gás (flow-counter) com janela de Mylar metalizada em ambas as faces. Nas várias experiências realizadas, a meia-vida encontrada está compreendida entre 14,3 a 14,7 dias. A determinação da presença de  $S^{35}$ , previamente oxidado à forma de sulfato com água oxigenada, foi feita juntando-se ao produto final carregador de sulfato e ferro. Precipitou-se em seguida o hidróxido de ferro que arrastou o  $P^{32}$  e no filtrado foi precipitado o sulfato de bário.

Pela medida das atividades de ambas as frações verificou-se que a contaminação do  $S^{35}$  no  $P^{32}$  é da ordem de  $3 \times 10^{-4}\%$ .

Fizemos ainda verificações de pureza por espectrometria gama não só no produto final mas também na solução removedora inicial e observamos a ausência de qualquer gama emissor.

A pureza radioquímica foi verificada por cromatografia sobre papel (7) utilizando como solvente isopropanol (75 ml), água (25 ml), ácido tricloroacético (5 g) e amoníaco (0,3 ml) e pela autoradiografia constata-se uma só mancha com  $R_f = 0,75$  correspondente àquela do ácido fosfórico.

### CONCLUSÃO

Pelas experiências realizadas conclui-se ser possível a produção rotineira do  $P^{32}$  livre de carregador a partir do enxôfre elementar irradiado, por extração com ácido clorídrico e octanol-2.

Os testes de pureza realizados provaram ser o  $P^{32}$  utilizável para fins médicos e de pesquisa.

### AGRADECIMENTO

Os autores agradecem ao Dr. Fausto W. Lima, Chefe da Divisão de Radioquímica pelo encorajamento durante o trabalho, ao Doutor V.M. Ramaniah pelas sugestões dadas, ao Sr. Azor C. Penteado Filho, do Serviço de Operação do Reator e ao Sr. Douglas Dalapria pelo auxílio no trabalho experimental.

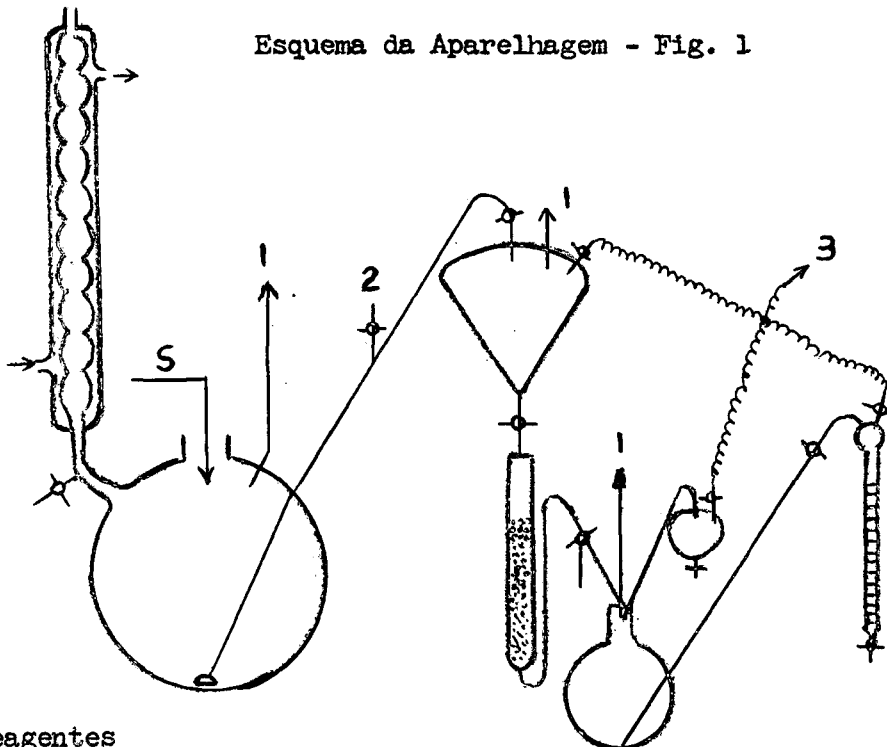
### BIBLIOGRAFIA

- (1) BUTLER, J.N.; GUSSEL, W.Y. - Oak Ridge National Lab.  
AECD-2850
- (2) COHN, W.E. - USAEC-MDDC-518 (1946)
- (3) BOOTH, A.H. - Can. J. Research, 27B, 933 (1949)
- (4) BRESESTI, M.; LANZ, R. e DEL TURCO, A.M. - Ann. Chem. 51,  
351 (1961)
- (5) GOSO, R.P. e RADICELLA, R. - C.E.N.A. (Argentina), Informe  
nº 128
- (6) LIMA, F.W.; ABRÃO A. e ATALIA, L.T. - IEA, Publicação  
nº 37 (1960)
- (7) COHEN, Y. - Ann. Pharm. Fran. - Tome XVII, 250-256, anal.  
(1959)

Tabela I

Rendimento total (%)	Rendimento parcial(%)	
	1a. Extr.	2a. Extr.
84	44	40
80	43	37
90	71	19
95	56	39
83	70	13

Esquema da Aparelhagem - Fig. 1



- 1 Reagentes
- 2 Ar comprimido
- 3 Vácuo