



**PRODUÇÃO DE RADIOISÓTOPOS NO INSTITUTO  
DE ENERGIA ATÔMICA  
Iôdo 131 e Fósforo 32**

*CONSTÂNCIA PAGANO*

**Publicação I E A — N.º**

**49**

**Maio — 1962**



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

PRODUÇÃO DE RADIOISÓTOPOS NO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

Iôdo 131 e Fósforo 32

Constância Pagano

Divisão de Radioquímica, Instituto de Energia Atômica

São Paulo - Brasil

Publicação nº 49

IEA.

CONSELHO NACIONAL DE PESQUISAS

Presidente: Almirante Octacílio Cunha

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO

Reitor: Prof. Antônio Barros de Ulhôa Cintra

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR

Presidente: Prof. Marcello Damy de Souza Santos

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

Diretor: Prof. Luiz Cintra do Prado

Conselho Técnico Científico:

Prof. Ivo Wolff	}	pelo C.N.Pq.
" Rui Ribeiro Franco		
Prof. Francisco J.H. Maffei	}	pela U. S. P.
" J. Moura Gonçalves		

Divisões Científicas:

Física Nuclear - Chefe: Prof. M.D. de Souza Santos  
Física de Reatores - Chefe: Prof. P. Saraiva de Toledo  
Radioquímica - Chefe: Prof. Fausto W. Lima  
Radiobiologia - Chefe: Prof. R. R. Pieroni  
Engenharia Nuclear - Chefe: Prof. L. C. Prado  
Metalurgia Nuclear - Chefe: Prof. T.D. de Souza Santos  
Engenharia Química - Chefe: Prof. P. Krumholz.

PRODUÇÃO DE RADIOISÓTOPOS NO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA

Iôdo 131 e Fósforo

Constância Pagano

SUMÁRIO

125 O trabalho descreve a aparelhagem e métodos de preparação de I-131 a partir do ácido telúrico irradiado, e de P-32, a partir do sulfato de magnésio irradiado. (3)

136 No caso do I-131 é suficiente dissolver o ácido telúrico em água em presença de ácido sulfúrico e água oxigenada, a fim de que o iôdo formado na irradiação possa ser destilado. (4)

137 No método descrito, eliminam-se as dificuldades de dissolução acarretadas pelo uso de telúrio elementar e o produto final apresenta-se com características de pureza quer radioquímicas, quer radioativas. (5)

138 No caso do P-32, utiliza-se sulfato de magnésio como alvo de irradiação e não enxôfre elementar. São descritas as vantagens que se obtém com o uso de material solúvel em água e as facilidades da manipulação da aparelhagem constituída unicamente de vidro, evitando-se o uso de autoclaves ou controle rigoroso de vácuo. (6)

140 Tanto para o I-131 como para o P-32, são descritas as técnicas adotadas para verificação de pureza e de determinação do rendimento do produto final. (7)

PRODUÇÃO DE RADIOISÓTOPOS NO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA -

Iôdo 131 e Fósforo 32

Constância Pagano.

INTRODUÇÃO

① Dentre os radioelementos de maior demanda, tanto do ponto-de-vista médico como de pesquisa em geral, destacam-se o iôdo-131 e fósforo-32.

Iôdo-131.

② O radioiôdo pode ser obtido a partir de dois métodos: 1. Como sub-produto no reprocessamento de elementos combustíveis; 2. Por reação ( $n, \gamma$ ) com o telúrio. Há primeiramente a formação de Te-131 o qual, por emissão beta-menos, forma o I-131.

③ O primeiro método não é por nós usado em virtude de não possuímos instalações nucleares, para o reprocessamento de elementos combustíveis.

④ Quanto ao segundo método, o Iôdo-131 pode ser obtido ; quer por via sêca a partir do óxido de telúrio, quer por via úmida a partir do telúrio metálico ou ácido telúrico.

⑤ Dentre os métodos por via sêca e úmida, foi escolhido , no Setor de Processamento de Radioisótopos da Divisão de Radioquímica do IEA, este último, utilizando o ácido telúrico como alvo de irradiação pois apresenta algumas vantagens sobre o óxido de telúrio e telúrio elementar. ⑥ O óxido de telúrio

requer um tempo de aquecimento muito prolongado (10 horas) para se obter um bom rendimento de I-131.<sup>(8)</sup> No caso do telúrio elementar, necessita-se um ataque sulfocromico que transforma o telúrio em telurato e o iôdo em iodato; em seguida, procede-se à redução pelo ácido oxálico que transforma o telurato em telurito, enquanto o iôdo é reduzido ao estado elementar e destilado em seguida.<sup>(9)</sup> Essa destilação, entretanto, conduz a produtos impuros para serem utilizados em medicina.<sup>(10)</sup> No caso do ácido telúrico, evita-se uma dissolução perigosa, por ser êle solúvel em água, e uma redução que aumentaria o risco da presença de impurezas no destilado.

<sup>(11)</sup> O telúrio natural é uma mistura de isótopos estáveis, sendo que 34,5% correspondem ao telúrio 130.<sup>(12)</sup> Seaborg, "et al"<sup>(2)</sup> mostraram que a irradiação por neutrons lentos conduz aos isótopos Te-127, Te-129 e Te-131, cada um dêles com dois estados isoméricos.<sup>(13)</sup> Êstes por desintegração beta dão os isótopos correspondentes de iôdo ou seja I-127, I-129 e I-131; o primeiro dêles é estável, o segundo tem meia-vida muito longa (cêrca de  $10^7$  anos), portanto o I-131 (meia-vida 8 dias) é o único que pode ser utilizado como elemento traçador ou em pesquisas médicas, quer no diagnóstico ou terapêutica da função tireoideana.

### Irradiação do Ácido Telúrico.

<sup>(14)</sup> Os tubos ou recipientes para conterem o ácido telúrico, por nós usados, são de alumínio de um milímetro de espessura de parede e selados em uma das extremidades.<sup>(15)</sup> Após a introdução do ácido telúrico, os tubos são fechados na outra extremidade por sucessivas dobras pressionadas, conseguindo-se, assim, a estanqueidade dos mesmos.<sup>(16)</sup> A dimensão dêstes tubos, é

de 2,5 cm de diâmetro por 8 cm de altura após fechados.

Os tubos são então colocados em dispositivos adequados para irradiação no reator tipo piscina, IEA-R1, em fluxo de  $10^{13}$  n/cm<sup>2</sup>.seg duas vezes por semana e por um tempo de oito ho- ras de cada vêz.

Os dispositivos para irradiação são de alumínio com di- mensões e formas idênticas a um elemento combustível. O inte- rior dos mesmos é constituído por uma haste vertical com prate- leiras destinadas à fixação dos tubos contendo o ácido telúri- co. Água deionizada entra pela parte superior do elemento de irradiação, atinge o fundo e sai então para o tanque de reten- ção, evitando-se, assim, contaminação da água da piscina em ca- so de ruptura de qualquer tubo contendo amostras irradiadas. O elemento de irradiação é aberto dentro da piscina, para evitar exposição dos operadores, os tubos são retirados e transferi- dos para um castelo de chumbo colocado no interior da piscina.

(Figura 1.)

O castelo de chumbo é então levado para as capelas de pro- cessamento onde os tubos, contendo ácido telúrico são abertos.

Processamento Químico.

A 100g de ácido telúrico, adicionam-se 370 ml de água des- tilada, 50 ml de água oxigenada a 110 volumes, e ácido sulfúri- co concentrado de maneira a se ter uma solução aproximadamente 6N. A solução então é deixada em refluxo durante 40 ou 50 mi- nutos, em corrente de azoto, após o que se destila o iôdo que é recebido em solução de tiosulfato de sódio M/100 e tampão carbonato-bicarbonato de sódio M/50, tendo-se como produto fi- nal, uma solução de  $NaI^{131}$ .

4.

#### Capelas de Processamento.

23 As capelas de processamento são constituídas de duas unidades com 1,80 m de largura por 1,5 m de profundidade, cada uma. Estas capelas são revestidas por placas de polietileno destinadas à estanqueidade das mesmas e protegidas por tijolos de chumbo de 5cm de espessura, na parte em que se coloca o operador e 4cm de chumbo nas paredes laterais e do fundo, esta de concreto. As pinças de controle remoto estão envolvidas por camisas plásticas para evitar contaminação das hastes e permitir que seja mantida a estanqueidade, e os visores são constituídos por caixas de vidros recobertas de lucite contendo solução de cloreto de zinco de densidade 3g/l. Em cada uma das capelas há duas portas para a eventual necessidade de qualquer manipulação no interior da aparelhagem.

29 A primeira capela é destinada à abertura dos tubos irradiados e dissolução do ácido telúrico. O processamento propriamente dito é feito então na segunda capela, evitando-se, dessa maneira, qualquer contaminação do produto final por ácido telúrico em pó.

31 As capelas estão em depressão com relação ao laboratório e este em depressão com relação ao exterior do prédio.

#### Aparelhagem e Operação da Mesma.

32 A aparelhagem é apresentada na figura 2.

33 A introdução dos reativos é feita por gravidade, por meio de frascos colocados na parte superior externa da capela.

34 Após abertura dos tubos com 100g de ácido telúrico, este é jogado, por intermédio das pinças de controle remoto, no ba-

lão de dissolução contendo 150 ml de água destilada agitando-se até dissolver-se. Abre-se a torneira 1, e V e faz-se vácuo no balão B. A solução passa então para êste balão.

Pela torneira 5 introduz-se o ácido sulfúrico e a água oxigenada, faz-se borbulhar o nitrogênio através a torneira N e deixa-se em refluxo durante aproximadamente 50 minutos. Introduce-se, então, a solução redutora de tiosulfato de sódio no balão C, através da torneira 6.

Decorridos os 50 minutos, abre-se a torneira 3 e destilam-se cerca de 100 ml. Este volume é então passado para o balão D, abrindo as torneiras 7 e V', e fazendo-se o vácuo no mesmo.

Pode-se, dessa maneira, iniciar uma segunda destilação, colocando mais 100 ml de água destilada no balão B e solução redutora no balão C.

A solução final de NaI-131 é então levada para a bureta de distribuição, abrindo as torneiras 10, V'' e fazendo-se o vácuo na bureta.

#### Rendimento Químico.

42) O cálculo do rendimento é feito medindo-se a atividade do I-131 em uma alíquota do ácido telúrico irradiado e comparando-se com a atividade do I-131 obtido na destilação. Para se medir a atividade, faz-se a varredura, em espectrômetro de raios gama, do telúrio irradiado e da amostra destilada, medindo-se as áreas correspondentes ao pico do I-131:

45) Nas condições de irradiação acima especificadas, obtém-se, a partir de 100g de ácido telúrico 150 milicuries de I-131. O rendimento é da ordem de 85%.

### Verificação da Pureza.

(4) A pureza radioativa que indica a ausência de outro radio elemento que aquêle previsto, bem como a pureza radioquímica que consiste na ausência de outra forma química do radioelemento que se espera, são também verificadas. (49) A pureza radioativa é verificada pela interpretação de curvas de absorção, decaimento e gama espectrometria, as quais indicam somente a presença de I-131, obtendo-se alcance máximo em Al, aproximadamente 200 mg/cm<sup>2</sup>, correspondendo à energia 0,61 Mev para as partículas beta emitidas; meia-vida entre 7,8 e 8,4 dias; energias dos raios gama determinadas em espectrômetro de 256 canais (TMC-Mod. CN-110), 0,638 Mev, 0,284 Mev e 0,08 Mev. (50) Verifica-se, assim, a ausência de telúrio, o qual seria acusado pela existência de picos correspondentes aos raios gama de seus radioisótopos, ou por meia-vida ou energia das partículas beta, diferentes das correspondentes ao I-131. (51) Entretanto, poderia, ainda, acontecer que a quantidade de telúrio fôsse pequena e as radiações de seus isótopos radioativos seriam eventualmente mascaradas pelas de I-131, em muito maior quantidade, não permitindo uma conclusão definitiva sobre sua presença ou ausência.

(52) Por essa razão, para se ter plena certeza da não contaminação, por telúrio, dos destilados de iôdo, juntaram-se a êstes destilados carregadores de telúrio, como telurito de potássio e carregador de iôdo como iodeto de potássio. (53) A solução é juntado fosfato de tributíla 30% em varsol e acertando as condições para 0,2 N em ácido clorídrico. (54) Agita-se e separam-se as camadas. (55) A extração é repetida duas a três vezes, a camada aquosa que conteria o possível telúrio é evaporada a um pequeno volume com a qual é feita a gama-espectrometria. Não se verificou a presença de telúrio em qualquer das amostras analisadas.

70  
56) A pureza radioquímica é verificada por cromatografia ascendente, de acôrdo com método descrito na Farmacopéia Britânica (3). O Solvente usado é álcool metílico-água, na proporção de 3:1, o papel é Whatman n° 1 e o tempo de correr o cromatograma é de três horas.

58) Paralelamente ao cromatograma da solução de  $\text{NaI}^{131}$  é feito outro contendo soluções inativas de iodeto de sódio e iodato de sódio. A posição relativa dos compostos inativos é revelada pela coloração do iôdo, obtida pela reação iodeto-iodato em meio ácido; nestas condições, obtem-se para o iodato, um  $R_f = 0,57$  para o iodeto  $R_f = 0,84$ .

60) Pela autoradiografia do cromatograma da solução contendo  $\text{I-}^{131}$ , pode-se notar a presença de uma só mancha em  $R_f = 0,84$ , correspondente àquela do iodeto (Fig. n° 3-4). Dessa maneira, verifica-se que a única forma química do  $\text{I-}^{131}$ , é a de iodeto ( $R_f = 0,84$ ).

### Conclusão.

62) A obtenção do iôdo- $^{131}$  a partir do ácido telúrico, mostra-se favorável àquela que tem como alvo o telúrio elementar.

63) O fato do ácido telúrico ser solúvel em água, elimina a possibilidade de serem encontradas impurezas no destilado que podem aparecer no caso do telúrio elementar, cuja dissolução é feita de maneira mais drástica.

64) O processamento é mais rápido, não exigindo refluxo muito prolongado e reduções demoradas.

65) O produto final tem se mostrado estável, não se encontrando a presença de iodato.

70  
56) A pureza radioquímica é verificada por cromatografia ascendente, de acôrdo com método descrito na Farmacopéia Britânica (3). O Solvente usado é álcool metílico-água, na proporção de 3:1, o papel é Whatman n° 1 e o tempo de correr o cromatograma é de três horas.

58) Paralelamente ao cromatograma da solução de  $\text{NaI}^{131}$  é feito outro contendo soluções inativas de iodeto de sódio e iodato de sódio. A posição relativa dos compostos inativos é revelada pela coloração do iôdo, obtida pela reação iodeto-iodato em meio ácido; nestas condições, obtem-se para o iodato, um  $R_f = 0,57$  para o iodeto  $R_f = 0,84$ .

60) Pela autoradiografia do cromatograma da solução contendo  $\text{I-}^{131}$ , pode-se notar a presença de uma só mancha em  $R_f = 0,84$ , correspondente àquela do iodeto (Fig. n° 3-4). Dessa maneira, verifica-se que a única forma química do  $\text{I-}^{131}$ , é a de iodeto ( $R_f = 0,84$ ).

### Conclusão.

62) A obtenção do iôdo- $^{131}$  a partir do ácido telúrico, mostra-se favorável àquela que tem como alvo o telúrio elementar.

63) O fato do ácido telúrico ser solúvel em água, elimina a possibilidade de serem encontradas impurezas no destilado que podem aparecer no caso do telúrio elementar, cuja dissolução é feita de maneira mais drástica.

64) O processamento é mais rápido, não exigindo refluxo muito prolongado e reduções demoradas.

65) O produto final tem se mostrado estável, não se encontrando a presença de iodato.

8.

(6) Os contrôles de pureza são rápidos, evitando-se, dessa maneira, perda de atividade por decaimento.

### Fósforo-32.

(7) Os métodos para produção de P-32 baseiam-se, em geral, na irradiação do enxôfre elementar e conseqüente ataque dêste pelo ácido nítrico fumegante em pressão atmosférica ou ataque com ácido nítrico diluído em autoclave de aço inoxidável. (8) Outro método de produção, atualmente usado em Saclay-França, consiste na destilação sêca, sob vácuo, do enxôfre elementar.

(9) A fim de evitar a dificuldade acarretada pelo uso de ácido fumegante, vácuo ou o emprêgo de autoclaves de aço inoxidável de alto preço, foi tentado por Lima, Attala e Abrão (8) a obtenção do fósforo-32 pela irradiação de compostos solúveis em água.

(10) Escolhemos, nesse caso, o sulfato de magnésio, vantajoso quer pela solubilidade, quer pelos radioisótopos formados após a irradiação. (11) Quanto ao magnésio, o principal radioisótopo seria o Mg-27, com meia-vida de 9,5 minutos. (12) Entretanto, êste não causa inconveniente desde que seja observado um período de resfriamento de 24h antes do processamento. (13) Quanto aos isótopos de enxôfre, poder-se-á formar S-35. (14) Entretanto, a percentagem de S-34 é de apenas 4,3% e a secção de choque para a reação ( $n, \gamma$ ), é relativamente baixa, sendo de 0,25 barns.

(15) Butler "et al" (4) chamam a atenção dos contaminantes cromo, ferro e níquel, constituintes do aço inoxidável, que aparecem quando da extração do fósforo com ácido nítrico, a partir do enxôfre. (16) Além disso, ocorre corrosão do equipamento pelo ácido sulfúrico formado pela ação do ácido nítrico sobre enxôfre.

(17) Com o sulfato de magnésio não ocorrem os inconvenientes citados, uma vez que a aparelhagem usada é unicamente de vidro, e a sílica que geralmente aparece no método de ataque de enxôfre com ácido nítrico, por dissolução do vidro da aparelhagem, não constitui problema de vez que a dissolução do sulfato é feita em água, à temperatura ambiente e em condições suaves de operação.

#### Irradiação do sulfato do magnésio.

(18) O sulfato de magnésio é irradiado em cilindros de alumínio com tampa rosqueada e protegidas com guarnição de polietileno.

(19) Os cilindros são colocados em elementos de irradiação análogos aos usados para irradiação de ácido telúrico, no reator tipo piscina, IEAR-1, em fluxo de neutrons rápidos de  $10^{13}$  n/cm<sup>2</sup>. seg, duas vezes por semana, oito horas cada vez.

(20) Nos elementos de irradiação para o sulfato de magnésio, não há circulação de água no interior dos mesmos.

#### Processamento químico.

(21) O sulfato de magnésio por nós usado, Baker p.a., tem originariamente sete moléculas de água de cristalização. Este é sêco em estufa a 150° C, obtendo-se, então, o  $MgSO_4 \cdot H_2O$  e, aquela porção retida em peneira número 9 tyler é irradiada. Esta granulometria do sulfato de magnésio é conveniente para se evitar a formação de pó quando da abertura dos tubos de irradiação.

(24) 100 g de sulfato de magnésio irradiados são dissolvidos em água. A solução é aquecida a 70°C e mantida em agitação.

238  
10.

(96) Hidróxido de amônio 2N é então juntado até a formação de suspensão de hidróxido de magnésio. O hidróxido de magnésio, que arrasta o fósforo-32, é filtrado em placa porosa e dissolvido com cerca de 50 ml de ácido clorídrico 1N, 15 ml de solução de cloreto de bário (25 mg de Ba/ml) são adicionados a fim de eliminar os ions sulfato adsorvidos pelo hidróxido de magnésio. O precipitado é agitado, e deixado em repouso durante cinco horas, após o que é filtrado. A solução contendo o fósforo-32 é então acertada para pH = 4 (extremidade do metil orange), passada por resina catiônica na forma hidrogênio a fim de eliminar o magnésio e demais impurezas catiônicas.

#### Capelas de Processamento.

(90) Sendo o fósforo-32 emissor beta puro e havendo período de resfriamento de oito dias, a fim de decair o  $\text{Na}^{24}$  formado da reação (n,p) com o magnésio, revestimos as capelas de processamento apenas com placas de lucite de  $\frac{5}{8}$  de polegada de espessura.

(91) Aqui, também como no caso do I-131, faz-se uso de duas capelas; uma para o processamento propriamente dito e outra para a concentração da solução após passagem por resina e distribuição do produto obtido.

#### Aparelhagem.

(92) A aparelhagem está representada na figura 5.

(93) Introdúz-se 100 ml de água destilada no balão B, abrindo as torneiras 2, 6, A e aplicando vácuo em B.

(94) Despeja-se o sulfato de magnésio irradiado no balão A pelo funil. Abrindo as torneiras 4, AC e injetando ar em B, a

76  
 água do balão B irá lavar o funil. Adicionam-se mais 300 ml de água destilada para a dissolução do sulfato. (97) A solução é a quecida e mantida em agitação; adiciona-se o hidróxido de amônio pelo chuveiro lateral do balão A. (98) A suspensão de hidróxido de magnésio é deixada em repouso durante uma hora sendo então filtrada pela placa porosa, abrindo as torneiras A, 1 e 2; des sa maneira, a solução de sulfato de magnésio passará para o balão B. (99) Esta solução pode ser levada novamente para o balão A abrindo AC, 4 e injetando ar em B. (100) Pode-se, então, proceder a uma segunda precipitação.

101  
 O precipitado de hidróxido de magnésio é dissolvido em á cido clorídrico 1N, introduzido pelo exterior, abrindo a torneira 6. (102) A fim de que o HCl fique em contacto prolongado e sob agitação com o precipitado, passa-se ar comprimido, abrindo AC, 2 e 1. (103) Após dissolução completa, a solução de cloreto de magnésio e fosfato contendo sulfato é levada ao balão C, abrindo as torneiras 5, B e fazendo-se vácuo em C.

104  
 O filtro é lavado com 10 ml de água, adiciona-se 15 ml de cloreto de bário, lavando, após, a placa porosa com mais 10ml de água.

105  
 Agita-se o precipitado de sulfato de bário, abrindo-se 7, 8, 9 B e fazendo vácuo. (106) Deixa-se repousar durante 5 horas. O precipitado é filtrado pela placa porosa no balão D, abrindo 5, 7, C e aplicando vácuo em D.

107  
 Adiciona-se à solução, hidróxido de amônio até o ponto final do metil-orange e, o  $p^H$  é ajustado a 4 com ácido clorídrico. (108) A solução é levada para o funil sobre a resina, através a torneira 8.

12.

(110) Abre-se a torneira 10 e a torneira dupla para o lado do balão E, de tal maneira que o fluxo seja de 4 a 6 gôtas por minuto.

(111) Quando a solução tiver passado pela coluna da resina catiônica, transfere-se para o balão de concentração na segunda capela e evapora-se até secar. (112) Junta-se, então, 2ml de água oxigenada 100 volumes, 10 ml de água e evapora-se novamente.

(113) O ácido fosfórico é então tratado com 25 ml de água destilada, e recebido em balão volumétrico.

#### Rendimento.

(114) O rendimento químico do processo foi feito medindo-se a atividade de uma alíquota de sulfato de magnésio irradiado, e comparada com a atividade do P-32 obtido após o tratamento químico. (115) A fim de eliminar a contribuição dada pelo Mg-27 na medida da atividade, observou-se, ainda aqui, o período de resfriamento de oito dias. (116) Quanto ao enxôfre-35, apesar de sua atividade ser praticamente inexistente, em virtude da baixa seção de choque, e baixa abundância para enxôfre-34, as medidas de atividade foram feitas usando-se um absorvedor de alumínio de 80 mg/cm<sup>2</sup>.

(117) A média dos rendimentos obtidos para diferentes amostras foi de 85%.

(118) Para 100g de sulfato de magnésio irradiadas nas condições acima, obtem-se 20 mc de P-32.

#### Verificação da Pureza.

(119) A pureza radioativa do produto final obtido, foi verifi-

cada por espectrometria gama, curva de absorção e determinação de meia-vida, não se encontrando por essas medidas, qualquer radioisótopo que não o P-32.

<sup>120</sup> Sato "et al" (5) verificaram em certas soluções de ácido fosfórico, a presença de substâncias contendo P-32 mas que não reagem como  $H_3PO_4$ . <sup>121</sup> Cohen "et al" (6) estudaram a formação e a natureza desses compostos e verificaram serem eles ácidos polifosfóricos.

<sup>122</sup> Por cromatografia em papel, ou por eletroforese, é possível separar o ácido fosfórico de outros ácidos polifosfóricos.

<sup>123</sup> A fim de verificar eventual presença de ácidos polifosfóricos na solução de P-32 obtida a partir do sulfato de magnésio, lançou-se mão do método cromatográfico. <sup>124</sup> Entre os solventes indicados por Cohen (7), escolheu-se a mistura isopropanol: 75 ml, -água: 25 ml, ácido tricloroacético: 5g amoníaco: 0,3 ml. <sup>125</sup> O cromatograma ascendente é desenvolvido em 20 horas e pela autoradiografia constata-se uma só mancha cujo  $R_f = 0,75$  corresponde àquela do ácido fosfórico (Fig. 6 e 7).

<sup>126</sup> O magnésio e bário são quantitativamente absorvidos pela resina catiônica. Um teste rápido para o magnésio na solução do produto final é feito com Eriocromo Black T e para o bário usa-se rodizonato de sódio.

### Conclusão.

<sup>128</sup> O método de obtenção de P-32 a partir do sulfato de magnésio, apresenta vantagens em relação ao método do enxofre elementar, apesar de se necessitar massa maior a fim de se obter o mesmo rendimento. A aparelhagem é simples, constituída ape-

14.

nas de material de vidro comum em laboratório, não exige autoclave de aço inoxidável, não aparecem dificuldades inerentes ao uso de contrôle rigoroso de vácuo (como no caso da distilação sêca do enxôfre), e o ataque químico do material irradiado é feito em condições brandas.

(30) A eliminação de ions sulfato adsorvidos pelo hidróxido de magnésio, é feita por simples precipitação com bário, sendo que o precipitado de sulfato de bário não arrasta quantidades apreciáveis de P-32. (31) As outras impurezas, tais como magnésio e bário, são facilmente eliminadas por resina catiônica.

(32) O produto final tem se mostrado estável, não se encontrando a presença de polifosfatos. (33) Os contrôles de pureza são relativamente rápidos, evitando-se um decaimento apreciável da atividade do produto.

#### Agradecimentos.

A Autora agradece ao Prof. Fausto W. Lima, Chefe da Divisão de Radioquímica do IEA, pela orientação e pelas várias discussões relativas a êste trabalho.

#### BIBLIOGRAFIA

1. Constant, R.J.-  
J. Inorg. Nuclear Chem. I, 133 (1958).
2. Seaborg, G.T., Livingood, J., Kennedy, J.W.  
Phys. Rev. 57, 363 (1940).
3. Farmacopéia Britânica, pg. 609 (1958).

4. Butler, J.N., Gussel, W.Y.  
Oak Ridge National Laboratory, AECD-2850
5. Sato, T.R., Kisiel'sky, W.E., Narris W.P.  
Strain, H.H.  
Anal. Chem. 25, 438 (1953).
6. Cohen Y., Engelmand, C.  
Note CEA 200, 1957.
7. Cohen, Y.  
Annales Pharmaceutiques Françaises  
Tome XVII, 250-256, anal. 1959.
8. F.W.Lima, A.Abrão e L.T.Atalla  
Produção do Fósforo-32 Livre de Portador, Usando-se  
os Sulfatos Como Matéria Para Irradiação.  
Publicação IEA-37.

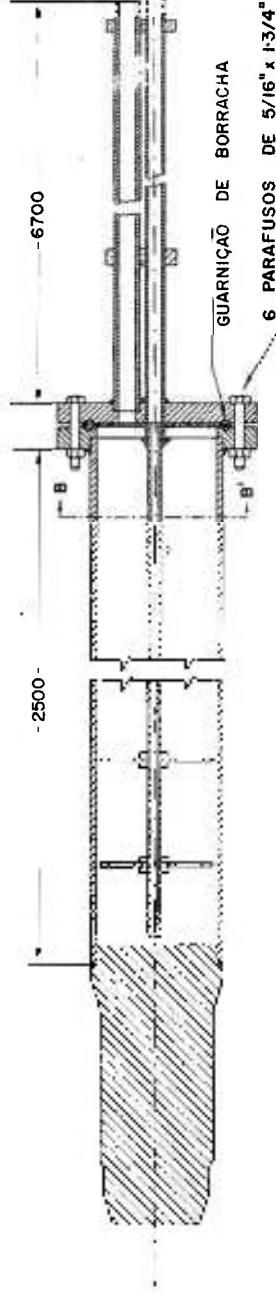
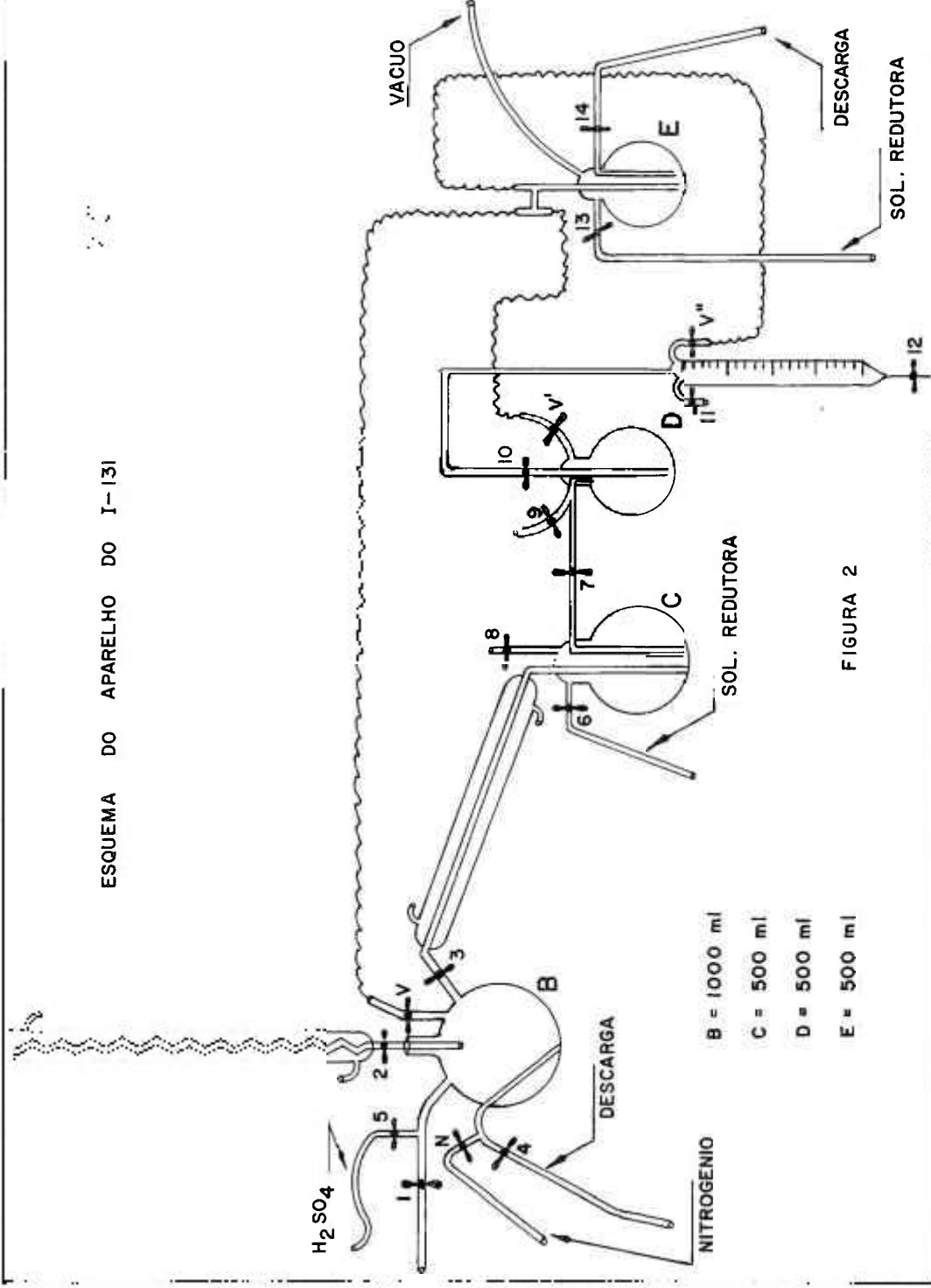


FIGURA 1

DISPOSITIVO PARA IRRADIAÇÃO — ESCALA : 1:2

ESQUEMA DO APARELHO DO I-131



- B = 1000 ml
- C = 500 ml
- D = 500 ml
- E = 500 ml

FIGURA 2

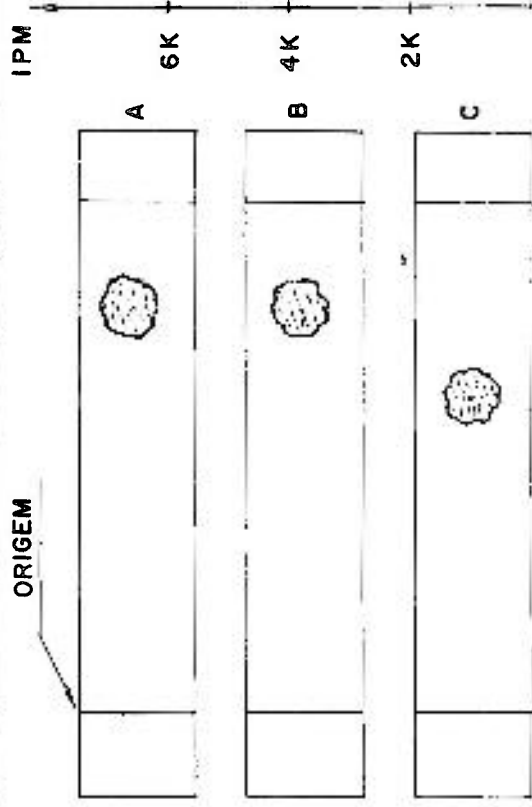


FIG. 3

A - CROMATOGRAMA DO  $\text{NaI}$  INATIVO

B - CROMATOGRAMA DO  $\text{NaI}^{131}$

C - CROMATOGRAMA DO  $\text{NaIO}_3$  INATIVO

SOLVENTE USADO : ALCÓOL METÍLICO

E AGUA, NA PROPORÇÃO

DE 3 : 1

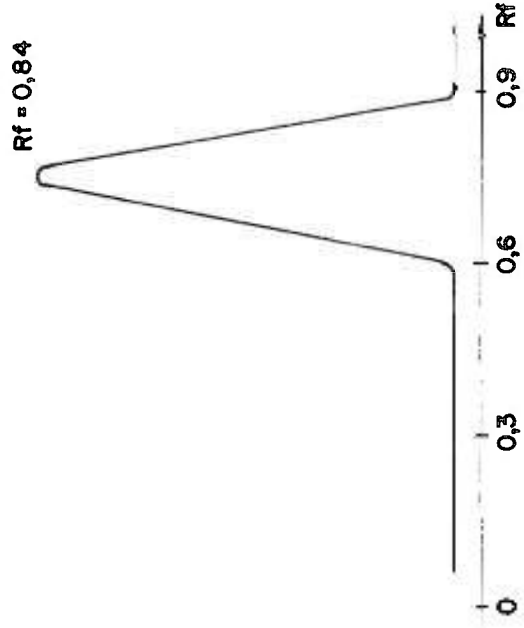
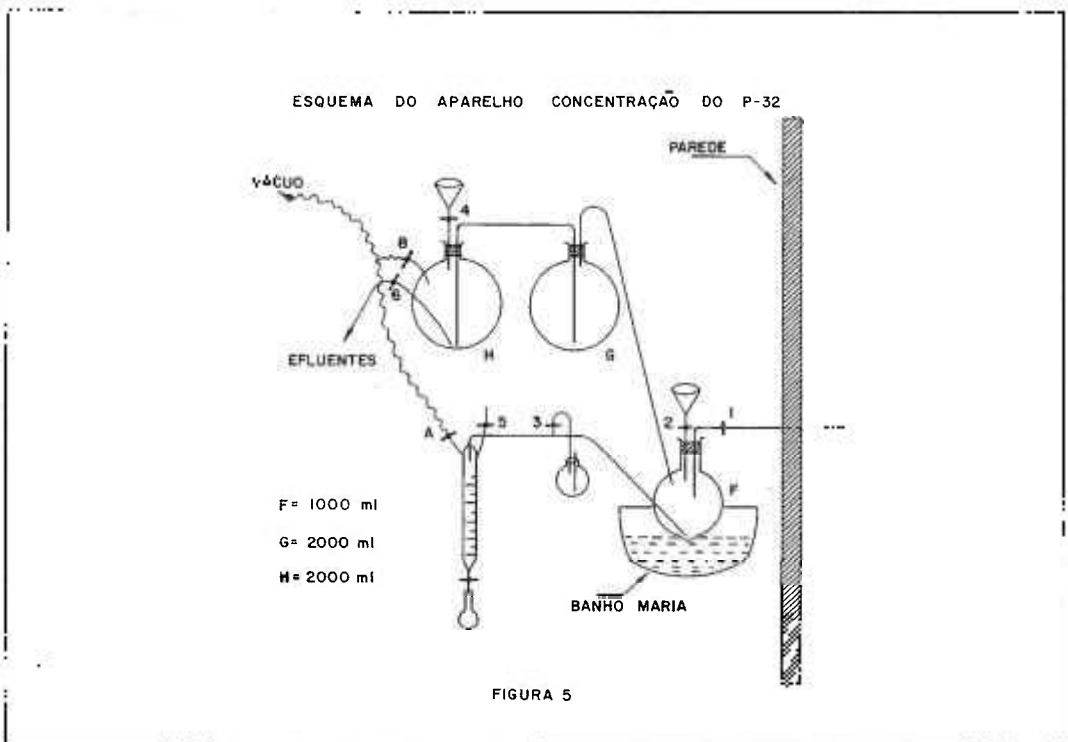
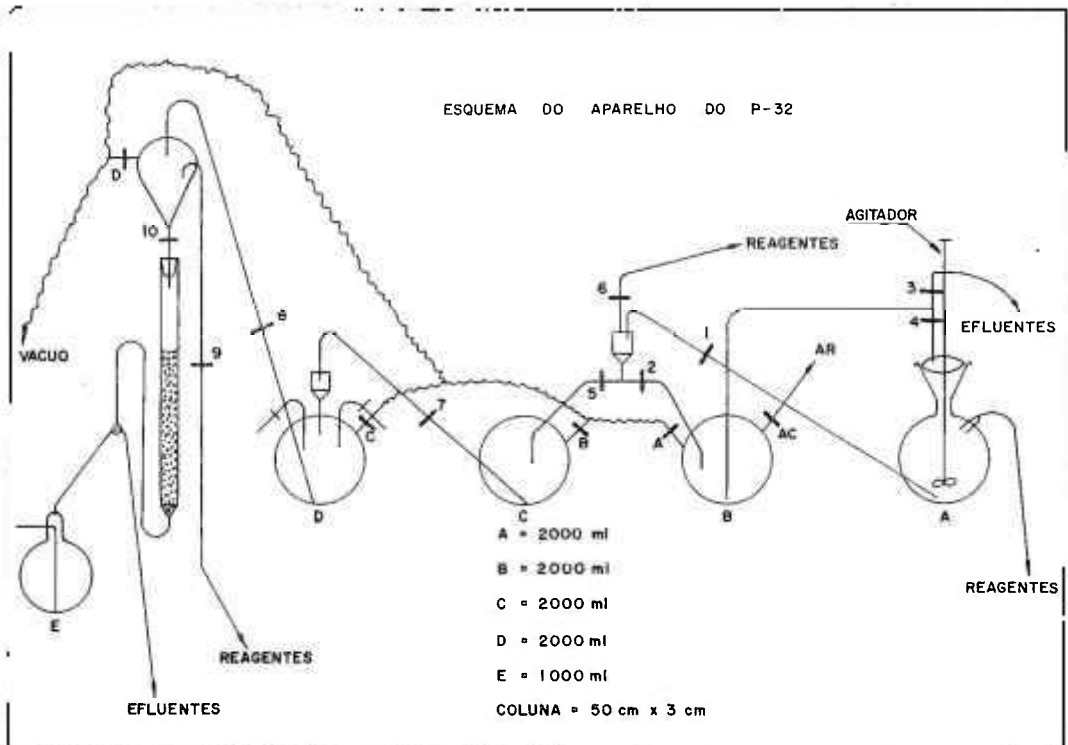


FIG. 4

REGISTRO DO CROMATOGRAMA DA

SOLUÇÃO DE  $\text{I}^{131}$



ORIGEM

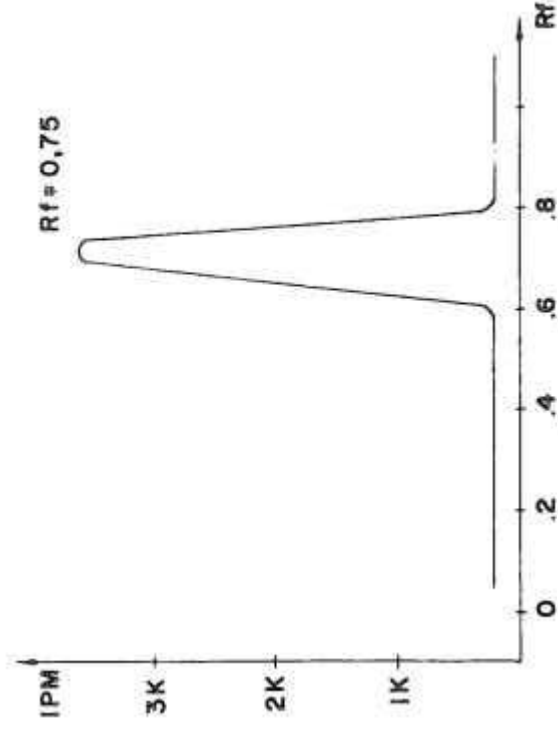
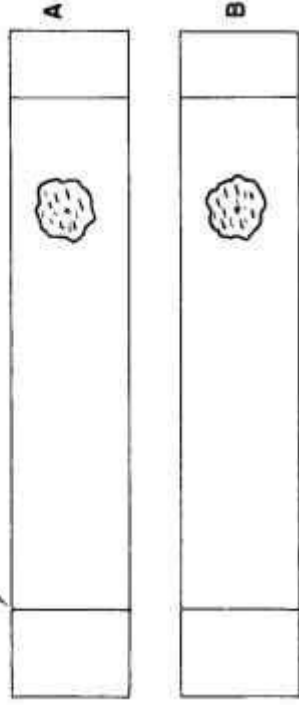


FIG. 6

A - CROMATOGRAMA DO  $H_3PO_4$  INATIVO

B - CROMATOGRAMA DO  $H_3P^{32}O_4$

SOLVENTE USADO : ISOPROPANOL : 75 ml

AGUA : 25 ml

AMONIACO : 0,3 ml

AC. TRICLORO ACETICO : 5 g

FIG. 7

REGISTRO DO CROMATOGRAMA DA

SOLUÇÃO DE  $H_3P^{32}O_4$