



I Congresso Geral de Energia Nuclear

Rio de Janeiro, 17 a 20 de Março de 1986

ANAIS - PROCEEDINGS

ESTUDOS DAS CONSEQUÊNCIAS QUÍMICAS DA REAÇÃO (n,γ) NO N-BENZOIL-FENILHIDROXILAMINA DE COBRE.

Casue Nakanishi
Constancia Pagano Gonçalves da Silva

Departamento de Processamento
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES - CNEN/SP
São Paulo - SP

Sumário

Estuda-se, neste trabalho a viabilidade de se usar a N-benzoilfenildroxilamina de cobre para preparação de ^{64}Cu de alta atividade específica. Sintetizou-se e caracterizou-se o composto com relação ao seu comportamento térmico e a influência da radiação γ de uma fonte de ^{60}Co . A fim de verificar a influência do tempo e da temperatura de aquecimento na retenção, amostras pré-aquecidas em diversos tempos e temperaturas e não aquecidas foram irradiadas com nêutrons térmicos no Reator IEA-R₁.

Abstract

In this paper the feasibility of applying copper N-benzoylphenylhydroxylamine for the preparation of high specific activity ^{64}Cu is studied. The compound was synthesized and characterized with regard to its thermal behaviour and the effects of γ radiation from a ^{60}Co source. With the aim of establishing the influence of time and isothermal annealings, pre-heated samples at several temperatures and at different time intervals, as well as, non annealed samples, were irradiated with thermal neutrons inside the IEA-R₁ reactor.

INTRODUÇÃO

O ^{64}Cu pode ser obtido em reatores nucleares por meio da reação:
 $^{63}\text{Cu}(n,\gamma)^{64}\text{Cu}$.

Em fluxos baixos de nêutrons as atividades específicas obtidas pela reação (n,γ) na maioria das vezes não são adequadas para determinados estudos, podendo-se utilizar o processo de enriquecimento Szilard-Chalmers⁽³⁾ quando se deseja atividade específica alta.

Neste trabalho, apresentamos um estudo do comportamento químico da N-benzoilfenilhidroxilamina de cobre quando irradiada com neutrons térmicos no reator nuclear IEA-R₁, visando a utilização deste composto para preparação de ^{64}Cu com atividade específica alta.

O composto apresenta algumas vantagens para o estudo proposto, a saber: complexo neutro ; boa estabilidade térmica e constante estabilidade alta.

PARTE EXPERIMENTAL

Síntese e Caracterização do Composto

Sintetizou-se a N-benzoilfenilhidroxilamina de cobre a partir do ácido N-benzoilfenilhidroxâmico e sulfato de cobre, conforme o método proposto por Shome⁽²⁾ e caracterizou-se o composto por análise dos espectros infravermelho.

Realizaram-se análises térmicas do composto sintetizado, traçando-se as curvas termogravimétricas (TG), termogravimétrica diferencial (DTG) e calorimétrica exploratória diferencial (DSC) em atmosfera de nitrogênio com razão de aquecimento de 5 °C/min. até 700 °C.

Radiólise da N-Benzoilfenilhidroxilamina de Cobre

Estudou-se o efeito da radiação gama irradiando amostra no estado sólido com raios γ de uma fonte de ^{60}Co , com doses variando de 0,5 a 30 Mrad.

Fêz-se a análise da degradação do composto traçando-se o espectro de absorção do composto dissolvido em clorofórmio no intervalo de 250-500 nm.

Decomposição Térmica

Aqueceram-se as amostras, em banho de óleo, em temperatura de 130 °C, 140 °C, 150 °C, 160 °C e 170 °C por uma hora e também a 140 °C e 150 °C por diferentes tempos de aquecimento.

Determinou-se a decomposição do composto pela técnica de extração por solvente verificando-se o teor de cobre na fase aquosa, utilizando-se o método espectrofotométrico usando o dietilditiocarbamato de sódio como agente complexante.

Influência do Pré-Aquecimento sobre a Retenção de Cobre

Realizaram-se dois tipos de experimentos:

1. pré-aquecimento do composto por 1 hora em diferentes temperaturas.
2. pré-aquecimento do composto em temperatura constante (130°C, 140°C, 150°C) tempos de aquecimento variáveis.

As amostras foram irradiadas com nêutrons térmicos no reator IEA R₁ em fluxo de 10^{13} n/cm².seg por uma hora e fez-se a separação da fração iônica com tempo de espera de uma hora, utilizando-se a técnica de extração por solvente usando clorofórmio e água (pH = 5,6). Mediu-se a atividade de ⁶⁴Cu na fração aquosa e orgânica no espectrometro de raios γ associado a um detector de NaI(Tl) tipo poço.

Determinou-se a retenção pela relação entre a atividade total da fase orgânica e atividade total da fase orgânica mais a atividade total da fase aquosa multiplicada por 100.

RESULTADOS E CONCLUSÕES

Na síntese da N-benzoilfenilhidroxilamina de cobre obteve-se um precipitado verde amarelo com ponto de fusão 198,3°C com decomposição.

A análise elementar dos elementos carbono, hidrogênio, nitrogênio e cobre mostrou a fórmula (C₁₃H₁₀O₂N)₂Cu para o composto preparado.

O espectro infravermelho (pastilha de KBr) no intervalo de 200-4000 cm⁻¹ do agente complexante e do complexo de cobre sintetizado mostram que o metal deslocou o hidrogênio da hidroxilamina e que o oxigênio da carbonila está coordenado ao metal.

Os espectros de absorção no visível da solução 10⁻³M do composto em clorofórmio mostra que ele absorve em 348 nm e que o valor de λ_{max} se desloca para comprimentos de onda menores quando a concentração diminui.

Na análise do comportamento térmico do composto sintetizado verificou-se que ele se decompõe a partir de 190°C.

No estudo da radiólise, quando se irradiam as amostras com doses de 0,5 a 30 Mrad não se verificou danos na molécula.

O resultado do estudo da decomposição térmica apresenta-se na TABELA 1:

TABELA 1
DECOMPOSIÇÃO TÉRMICA EM DIFERENTES TEMPERATURAS E TEMPO DE AQUECIMENTO

Temperatura Tempo de aquecimento	130°C	140°C	150°C	160°C	170°C
	%				
1:00 h	0,02		0,00	0,67	7,03
2:00 h		0,00	0,23		
3:00 h		0,13	0,85		
4:00 h		0,40	2,13		
5:00 h			3,87		
6:00 h		0,65			
7:00 h		1,32	7,26		

Quando se irradiaram amostras pré-aquecidas por 1:00 hora verificou-se que em temperaturas de 130°C, 140°C e 150°C, não houve variações na retenção.

No caso de amostras pré-aquecidas em temperatura constante por tempos variáveis verificou-se que: a 130°C a retenção não variou até 6:00 horas; a 140°C a variação de retenção (1,15%) a partir de 6:00 horas e a 150°C a variação na retenção foi de 6% a partir de 4:00 horas.

BIBLIOGRAFIA

1. COLLINS, C.H., LANCAS, F.M. ANDRADE, J.C., COLLINS, K.E. Consequências químicas das transformações nucleares. Parte II. Química Nova, 2(4):148-66, 1979.
2. SHOME, C.S. Gravimetric determination of copper, iron, aluminium and titanium with N-benzoylphenylhydroxylamine. Analyst, 75:27-32, 1950.
3. SZILARD, L., CHALMERS, T.A. Chemical separation of the radioactive element from its bombarded isotope in the Fermi affect. Nature (London), 134:462-2, 1934.