

ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА



K-60

17/v-76

12 - 9474

1876/2-76

А.Колачковски, В.А.Халкин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЙТРАЛЬНЫХ ФОРМ ¹³¹J
И АСТАТА И ИХ БЕНЗОЛПРОИЗВОДНЫХ
В БРОМБЕНЗОЛЕ МЕТОДОМ
БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

76-63

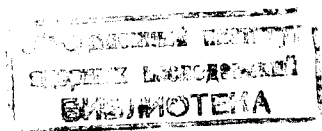
1976

12 - 9474

А.Колачковски, В.А.Халкин

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЙТРАЛЬНЫХ ФОРМ ¹³¹J
И АСТАТА И ИХ БЕНЗОЛПРОИЗВОДНЫХ
В БРОМБЕНЗОЛЕ МЕТОДОМ
БУМАЖНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Направлено в журнал "Radioanal. and Radiochem.
Letters"



Введение

При изучении обмена между 131 -йодом без носителя или астатом и входящим в молекулу бромбензола бромом ^{/1/} нам потребовалось количественно определять элементарные формы или интергалогенные комплексы радионуклидов, растворенные в бромистом бензоле. Несмотря на кажущуюся простоту задачи, найти в литературе какие-либо ее решения не удалось. После ряда предварительных опытов мы остановились на восходящей бумажной хроматографии с неполярными растворителями в качестве элюентов. В процессе хроматографирования элементарные формы галогенов и галогенбензолы двигались вместе с фронтом растворителя. Для их разделения мы решили пропустить восходящий поток через фильтр, селективно задерживающий не фиксированные в органических молекулах микроколичества галогенов. В качестве такого фильтра нам служило металлическое, мелкодисперсное серебро, сорбированное на волокнах целлюлозы хроматографической бумаги.

Экспериментальная часть

Для получения серебряного пятна-фильтра на полосу "медленной" хроматографической бумаги типа ЗММ /18,5 мг/см²/ шириной 10 мм наносили 20-30 мкл насыщенного водного раствора гидрохинона; после высыхания бумаги добавляли такой же объем 0,1 М AgNO₃, что приводило к образованию серой зоны восстановленного серебра, протяженностью 8-10 мм. Высушенная бу-

мажная полоска использовалась для анализа. Сорбционная эффективность серебряного пятна, по нашим наблюдениям, не менялась со временем.

Методика анализа обрабатывалась с препаратами астата, выделенного из облученного протоном высокими энергиями тория /2/ и препаратами ^{131}J без носителя производства OPIDI - Варшава.

Растворенные в бромбензоле астатбензоли и йодбензол образовывались в реакциях межгалогенного обмена /1/. Радиоактивные нуклиды, не связанные с фенильными радикалами, отмывались 0,5 М NaOH.

Растворы нейтральных форм галогенов в бромбензоле готовились экстракцией At(0) и ^{131}J (0) из водных растворов.

Раствор Na ^{131}J в бромбензоле получен растворением части высушенного в стеклянной пробирке исходного препарата.

Растворители - элюенты: бензол, н-пентан и н-декан были квалификации "х.ч."

Анализ выполнялся следующим образом: на бумажную полоску 10 x 100 мм, в 30 мм от серебряного пятна, наносили 10 мкл содержащего радиоактивные нуклиды бромбензола, затем полоска помещалась в цилиндр, на дно которого был налит элюент. Разделение проводили в течение 15-20 мин. Фронт элюента за это время уходил на 80 мм от стартовой точки. Сразу же после разделения смоченную элюентом хроматограмму упаковывали в полиэтилен с липким слоем, разрезали на части длиной 5 мм, активность которых измерялась сцинтилляционными счетчиками.

Результаты и обсуждения

Из трех проверенных нами растворителей-элюентов наиболее хорошие результаты были получены с н-деканом, который вымывает элементарные галогены и их бензолпроизводные относительно узкой полосой с $R_F = 1$ /рис. 1/. Этот растворитель использовался нами в последующей работе.

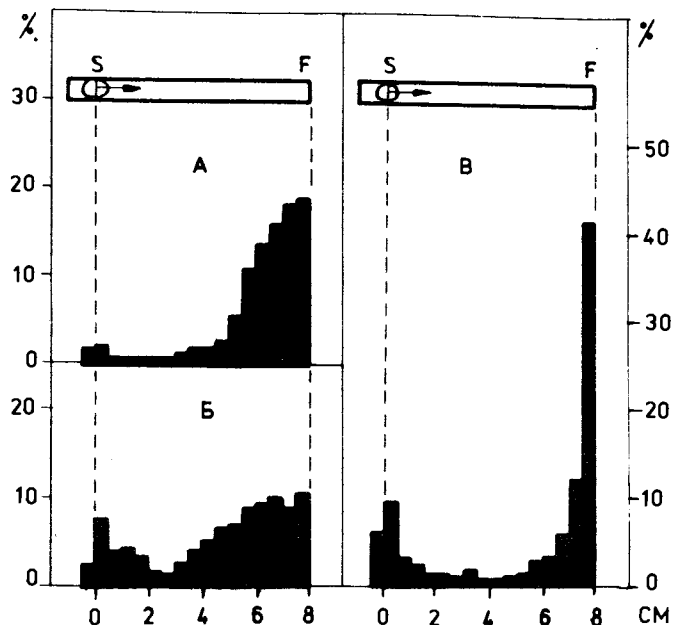


Рис. 1. Хроматограммы соединений радиойода в бромбензоле, после проведения межгалогенного обмена в системе Na ^{131}J - NaOH - BrPh, 155°C, 30 мин. Элюенты: А - бензол, Б - н-пентан, В - н-декан, S - старт, F - фронт элюента.

При элюировании н-деканом нейтральных форм галогенов они не продвигались дальше серебряного пятна. Рисунок 2А, Б показывают, что и для йода и для астата зоны стабилизации серебром очень четкие. Но около 20% астата остается на месте старта. Наиболее вероятное объяснение такого удержания - необратимое взаимодействие астата с материалом бумаги, что следует иметь в виду при анализе астатсодержащих растворов. Как и ожидалось, йод и астат в форме галогенбензолов, практически без потерь проходят с фронтом растворителя и через бумагу и через фильтр - мелкодисперсное металлическое серебро /рис. 2В, Г/. Анализы модельных бромбензольных растворов трех форм радиойода: Na ^{131}J - ^{131}J (0) - ^{131}J Ph и с качественной и с количественной стороны привели к ожидаемым результатам /рис. 3А/.

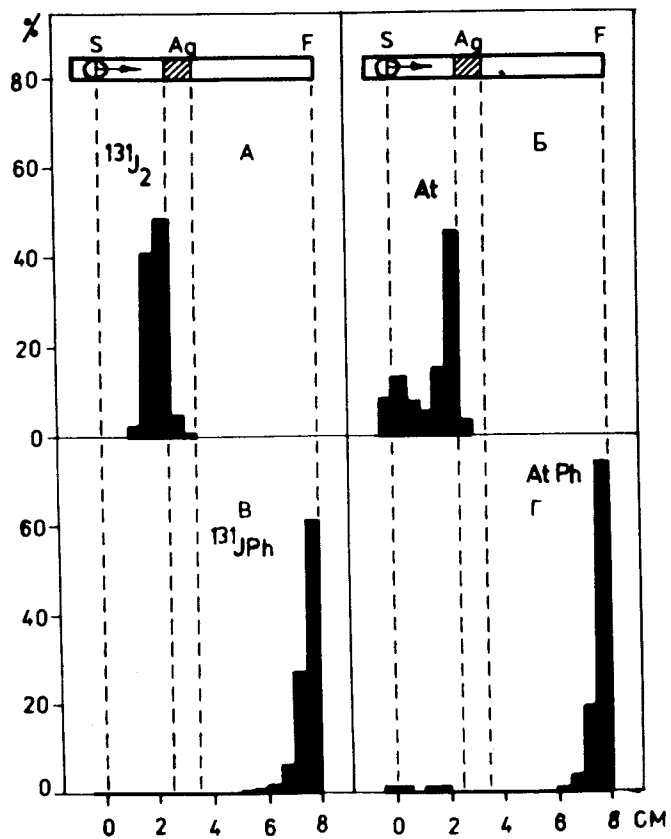


Рис. 2. Хроматограммы бромбензольных растворов нейтральных форм йода /А/ и астата /Б/, йодбензола /В/ и астатбензола /Г/. Элюент: *n*-декан, S - старт, F - фронт элюента, Ag - серебряное пятно.

Относительные активности каждой из трех форм радиоiodа, обнаруженных при анализе, в пределах ошибок измерений $\pm 10\%$, соответствовали активностям этих форм в исходном модельном растворе. На рис. 3Б показаны результаты анализа астатсодержащего бромбензольного раствора, полученного при обмене астата с бромом в следующих условиях: NaAt в твердой NaOH - BrPh, температура 155°C , продолжительность контакта 30 мин. Эти результаты наглядно иллюстрируют обна-

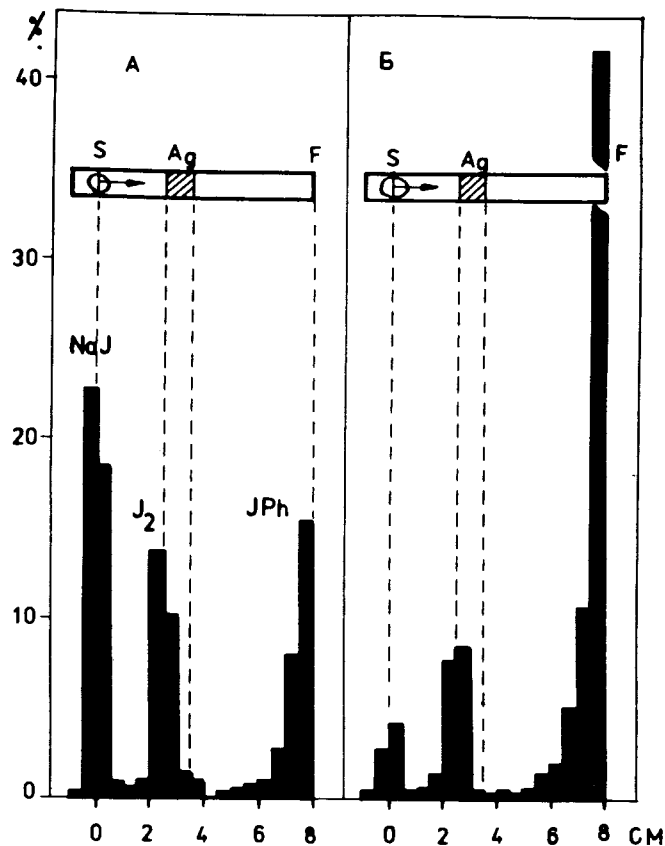


Рис. 3. А: хроматограмма модельного раствора $\text{Na}^{131}\text{J} - ^{131}\text{J}_2 - ^{131}\text{JPh}$ в бромбензоле. Б: хроматограмма соединений астата в бромбензоле после проведения межгалогенного обмена в системе NaAt - NaOH - BrPh, 155°C , 30 мин. S - старт, F - фронт элюента, Ag - серебряное пятно. Элюент: *n*-декан.

руженный нами процесс межгалогенного обмена в присутствии твердой щелочи, приводящий к образованию астатбензола и йодбензола /1/.

Выводы

Анализ методом бумажной хроматографии с зоной мелкодисперсного металлического серебра позволяет ко-

личественно определять растворенные в бромбензоле радиоiod и астат в нейтральных формах и в форме галогенбензолов.

Литература

1. А.Колачковски, В.А.Халкин. ОИЯИ, 12-9473, Дубна, 1976.
2. М.Бочварова, И.Дудова, До Ким Тюнз, Ю.В.Норсеев, В.А.Халкин. Радиохимия, 14, 858 /1972/.

*Рукопись поступила в издательский отдел
21 января 1976 года.*