

OBTENCION Y MARCACION DE SULFATO DE AMONIO CON ^{35}S

Manuel Castro y Alfredo Díaz

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Apt. 1687, Lima, Perú

Recibido 2 de Setiembre de 1986

Abstract

A simple technique to measure sulfur-35, using a light absorption method for sulfates as well as liquid scintillation to obtain the specific activity of the sample, is presented. The technique is based on the isotopic exchange of the sulfate ion from $\text{H}_2\text{SO}_4\text{S} - 35$. The salt produced is identified by X ray diffraction.

Resumen

Se presenta una técnica sencilla para determinar azufre-35 que utiliza el método de turbidimetra para sulfatos y el análisis por centelleo líquido en la determinación de la actividad específica de la muestra. La técnica de obtención del producto marcado consiste en intercambiar isotópicamente el Ion Sulfato del $\text{H}_2\text{SO}_4\text{S} - 35$ con la unión del ácido sulfúrico de concentración conocida. A este sulfato obtenido así se le practican pruebas para la determinación de la actividad específica e identificación por difracción de rayos X.

1 Introducción

La posibilidad de utilizar el Sulfato de Amonio como trazador de amplio espectro fue puesta de manifiesto desde algunos años por muchos investigadores para su aplicación en diversos estudios: La translocación del ión SO_4^{2-} permite una mejor comprensión de la relación suelo, planta, metabolismo, distribución y acumulación del azufre en los diversos órganos de la planta [1], el período del radioisótopo relativamente largo ($T_{1/2} = 87,5d$) permite hacer el seguimiento de estos procesos hasta después de los 9 meses de su aplicación como fertilizante.

Otros estudios como la evaluación de pérdidas de material por corrosión galvánica, determinación de la velocidad de reacción, equilibrio químico, cálculo de la

Otros estudios como la evaluación de pérdidas de material por corrosión galvánica, determinación de la velocidad de reacción, equilibrio químico, cálculo de la constante de ionización, etc., han sido llevados a cabo aplicando el sulfato marcado con ^{35}S [2,3].

2 Materiales y Métodos

El ión de sulfato se determina por turbimetría [4] utilizando un espectrómetro convencional y en rangos entre $20\text{-}30\ \mu\text{g}\ \text{SO}_4^{--}/\text{ml}$. A la muestra que contiene el sulfato se le agrega ácido clorhídrico, cloruro de sodio, glicerina y cloruro de bario. El HCl y el NaCl inhiben el crecimiento de los microcristales de BaSO_4 y la glicerina estabiliza la suspensión.

Reactivos:

- Glicerina.- Diluir $250\ \text{ml}$ de glicerina p.a. a $500\ \text{ml}$ con agua
- Solución $\text{HCl} - \text{NaCl}$.- Disolver $120\ \text{g}$ de NaCl p.a. en agua, agregar $10\ \text{ml}$ de HCl ($d=1,19$) y diluir a $500\ \text{ml}$.
- Cloruro de bario.- Utilizar $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a.
- Solución patrón de sulfato ($1,0\ \text{mg}$ de sulfato/ ml), $1,48\ \text{g}$ de Na_2SO_4 p.a. disueltos en $0.1\ \text{lt}$ de agua.

Procedimiento [5,6]:

La muestra problema se coloca en una fiola de $100\ \text{ml}$, a la que se agrega $5\ \text{ml}$ de la solución $\text{HCl} - \text{NaCl}$ y $10\ \text{ml}$ de glicerina, homogenizándose y diluyéndose con agua hasta completar $50\ \text{ml}$. Añadir $0,5\ \text{g}$ de BaCl_2 , tapar la fiola y mezclar su contenido. Dejar en reposo 5 minutos. Determinar la absorbancia de la solución con respecto a un blanco preparado siguiendo el mismo procedimiento en un espectrómetro a $420\ \text{nm}$, empleando cubetas de $5\ \text{cm}$ de paso óptico.

Solución Standar:

- Patrón de sulfato : $1,48\ \text{g}\ 4\text{Na}_2\text{SO}_4/\text{lt}$.
- Standar: $50\ \mu\text{g}\ \text{SO}_4^{--}/\text{ml}$.

Curva de Calibración:

A partir de los resultados que se muestran en la tabla 1, se obtuvo la curva de calibración de la Fig. 1.

Table 1: Datos de absorvancia para la curva de calibración

Muestra	Alícuota (ml)	Concentración ($\mu\text{g SO}_4^{2-}/\text{ml}$)	Absorvancia
1	1	10	0,570
2	2	20	2,125
3	3	30	0,204
4	5	50	0,330
5	8	80	0,531
6	10	100	0,641
7	12	120	0,725
15	15	150	0,802
9	18	180	0,974
10	20	200	1,038

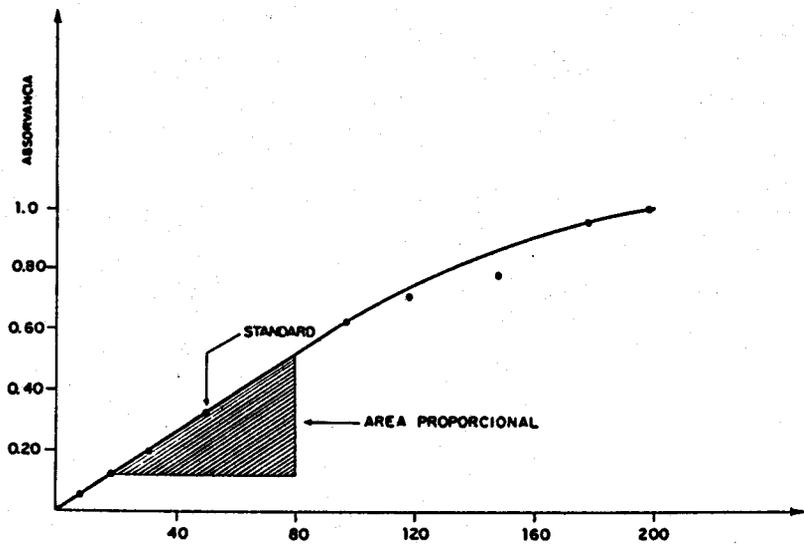
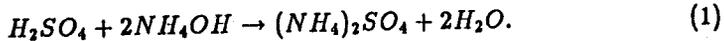


Figura 1: Curva de Calibración para el ion Sulfato

3 Obtención y Marcación del Sulfato

El sulfato de amonio se obtiene en el laboratorio a partir de la siguiente reacción:



De acuerdo con la actividad específica que se desea obtener, se hace intercambiar isotópicamente el ión sulfato del $H_2^{36}SO_4$ con el anión del ácido sulfúrico de concentración 8.0N; agregándose a las 48 horas 15ml de NH_4OH 8N.

El producto obtenido se evapora a temperatura controlada y no mayor de 60° C, se seca y se realizan los ensayos para la determinación de la actividad específica e identificación de la muestra por rayos X.

4 Identificación del Sulfato de Amonio

La muestra del producto obtenido y la del patrón de sulfato de amonio, Merck grado analítico, fueron sometidos a un estudio comparativo mediante rayos X. La operación se llevó a cabo en el laboratorio de difracción de rayos X del INGEMET aplicándose el método difractométrico.

Las lecturas de los espaciados obtenidos guardan en ambas muestras una gran correspondencia con los valores existentes en las tablas para el sulfato de amonio [9].

Se utilizó un equipo marca TUR, modelo M-62 con tubo de cobre, filtro de Niquel, y operando a 32kV y 24A, goniómetro calibrado a 1°/minuto y recorder a 600 mm/h.

El análisis de ambos difractogramas y el grado de pureza de los reactivos utilizados en esa reacción directa nos permiten afirmar que la estructura de esa forma química obtenida corresponde al sulfato de amonio.

5 Determinación de la Actividad Específica

Para determinar la actividad específica de sulfato se tomarán diferentes pesos de muestra del producto obtenido, midiéndose la actividad en un centellador líquido Packard Tri-Carb 300C. [7]. La solución centelladora utilizada fue agua-Instagel en una relación de 2:3. [8].

Calibración del Centellador

El equipo de medición funciona a base de programas de control almacenadas en su memoria y en los que existen pre-establecidos los límites superior e inferior

para sus 2 regiones de conteo. Como el equipo no posee un programa propio para la determinación de ^{36}S , fue necesario determinar los umbrales máximo y mínimo para la lectura de este radioisótopo a partir de un patrón de $\text{H}_2\text{SO}_4 - \text{S}35$ obtenido por dilución a partir del producto comercial procedente de Amershan. Haciendo un barrido a intervalos de 5keV, se obtuvo el espectro del ^{36}S , ilustrado en la Fig. 2 y de los resultados registrados de diversas muestras del mismo patrón, se

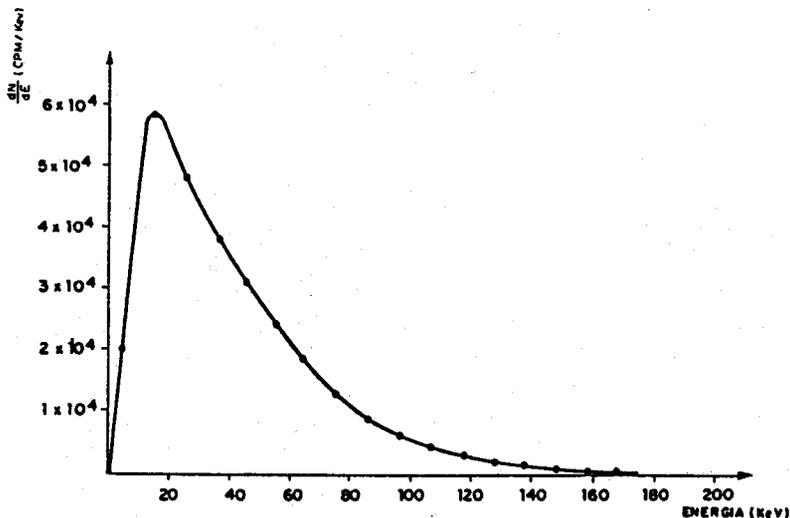


Figura 2: Espectro experimental obtenido para el S^{36}

seleccionó los siguientes umbrales de medición:

REGION A LL-UL = 0 - 210 Kev

REGION B LL-UL = 0 - 180 Kev

A las muestras activas se les hizo el mismo procedimiento químico para su determinación turbimétrica como sulfato total y referido al mismo volumen que se encuentra presente en la solución centelladora. De este modo se obtuvieron los datos de la tabla 2.

Table 2: Actividades específicas obtenidas.

Muestra	Peso(mg) (NH ₄) ₂ SO ₄	Actividad CPM	Act. Específica CPM/mgSO ₄
1	0,05	4916	135 427
2	0,05	4982	137 245
3	0,1	9890	136 039
10	0,1	9969	137 125

6 Conclusiones

El análisis de difracción de rayos X se superpone al del patrón Merck corroborando de ese modo que dicha estructura corresponde a la del sulfato de amonio. Ver Figs. 3 y 4.

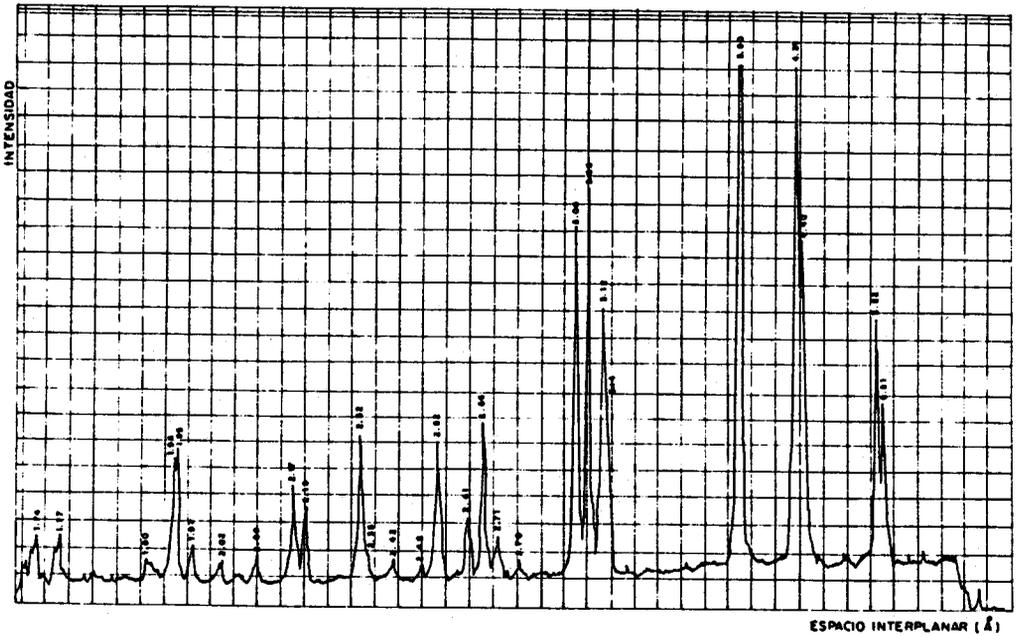
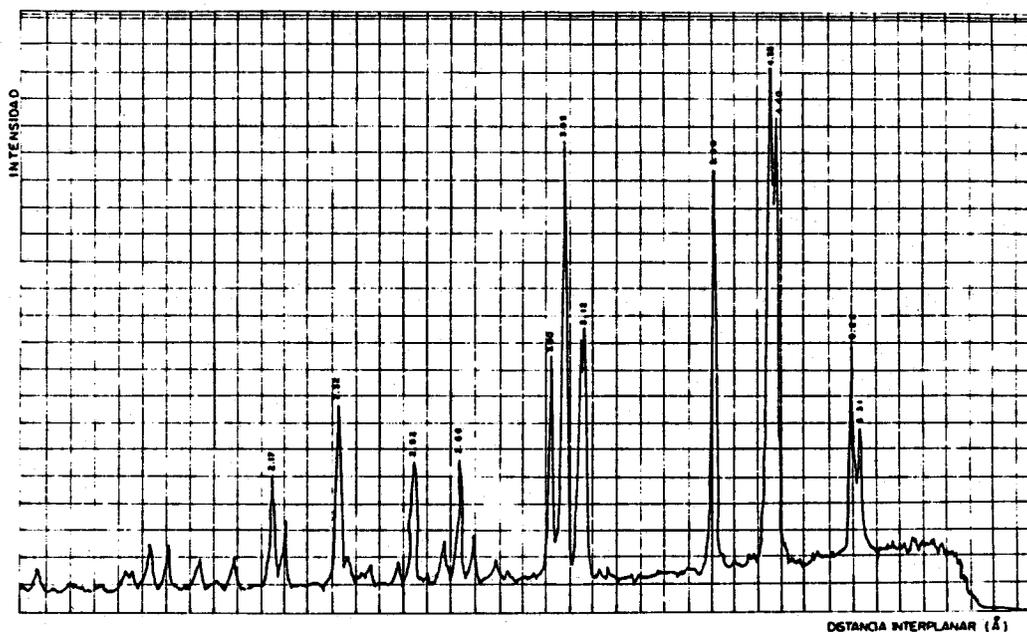


Figura 3: Difractorama del Sulfato Patrón MERK

Se ha puesto en marcha un método rápido para la obtención de Sulfato de Amonio marcado con ^{35}S que nos permite obtener un producto cuya actividad específica puede variarse de acuerdo al usuario.

Las actividades específicas de diferentes alícuotas de la muestra evidencian la uniformidad de la marcación.



- [3] W. H. Saunder, *Some Applications of Isotopic Sulphur*; Kharasch Ed. Organic Sulphur Compound, Pergamon, 1961, ps. 41-46
- [4] F. F. Snell, *Colorimetric Methos of Analysis*, Van Nostrand, Princenton, N. J. Third Edition, 1948-1954
- [5] *The Merck Index*, Editor Martha Windholz, Merck Co. Inc. 1976 - 586
- [6] W. Horwitz (Editor), *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytic Chemists*, AOAC, 1980
- [7] *The TRI-CARB 300C and 300 CD Liquid Sciltillation System by Packard*, Operation Manual 1980
- [8] F. Fric. G. Molobrada. I. Mistrick, *Radiochem, Radioannal Letters* 33(1-2) (1978) 99-112
- [9] *Selected Powder Diffraction Data for Minerals*, Joint Commitee on Powder Diffraction Standards, First Edition, Publication DBM ps. 1-23

Obtención y marcación de sulfato de amonio con S-35 por Manuel Castro,
Alfredo Díaz se distribuye bajo una Licencia Creative Commons
Atribución-NoComercial-SinDerivar 4.0 Internacional.