

ES 90 000 31

Ciemat 644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas - ESPAÑA



Instituto de
Investigación Básica

BB/ARAS

**PREPARACION DE ACETILACETONATO, BENZONATO Y
CAPRATO FERRICOS MARCADOS CON ⁵⁵Fe Y
ENSAYOS DE APLICACION EN MEDIDAS
POR CENTELLEO LIQUIDO**

L. Rodríguez Barquero
J.M. Los Arcos Merino
A. Grau Malonda

MADRID, 1990

Ciemot 644

Sp ISSN 614-087-X

**PREPARACION DE ACETILACETONATO, BENZONATO Y
CAPRATO FERRICOS MARCADOS CON ^{55}Fe Y
ENSAYOS DE APLICACION EN MEDIDAS
POR CENTELLEO LIQUIDO**

por:

**L. Rodríguez Barquero
J. M. Los Arcos Merino
A. Grau Malonda**

**CENTRO DE INVESTIGACIONES
ENERGETICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLOGICAS**

MADRID, 1990

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES:

440102

SCINTILLATION COUNTING

LIQUID SCINTILLATIONS

SCINTILLATION QUENCHING

SPECTRA

STABILITY

LABELLED COMPOUNDS

CARBOXYLIC ACID SALTS

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Información y Documentación, Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas, Ciudad Universitaria, 28040-MADRID, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Los descriptores se han seleccionado del Thesaurus del DOE para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. La catalogación se ha hecho utilizando el documento DOE/TIC-4602 (Rev. 1) Descriptive Cataloguing On-Line, y la clasificación de acuerdo con el documento DOE/TIC.4584-R7 Subject Categories and Scope publicados por el Office of Scientific and Technical Information del Departamento de Energía de los Estados Unidos.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Enero de 1.990.

Depósito legal nº M-2603-1990
NIPO 228-90-007-2

ISBN 84-7834-039-4
ISSN 614-087-X

IMPRIME CIEMAT

ÍNDICE

| | <u>Pág.</u> |
|--|-------------|
| 1. INTRODUCCIÓN | 1 |
| 2. PARTE EXPERIMENTAL | 2 |
| 2.1 Aparatos y reactivos | 2 |
| 2.2 Procedimiento de preparación | 3 |
| 2.2.1 Acetilacetato férrico | 3 |
| 2.2.2 Benzoato férrico | 4 |
| 2.2.3 Caprato férrico | 4 |
| 3. RESULTADOS | 5 |
| 3.1 Comportamiento de las muestras de acetilacetato férrico | 5 |
| 3.2 Comportamiento de las muestras de benzoato férrico | 6 |
| 3.3 Comportamiento de las muestras de caprato férrico | 7 |
| 4. DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES | 8 |
| 5. REFERENCIAS | 10 |
| 6. TABLAS | 11 |
| 7. FIGURAS | 20 |

1. INTRODUCCIÓN

La calibración de nucleidos que se desintegran por captura electrónica pura presenta grandes dificultades. Primero, porque la calibración mediante técnicas de coincidencias no resulta factible; segundo, porque cuando se utilizan los contadores proporcionales de alta presión que permiten medidas 4π , la corrección por autoabsorción de la muestra resulta difícil de cuantificar, y en tercer lugar, porque cuando se aplica la técnica de centelleo en fase líquida la adsorción y microprecipitación son procesos limitativos.

En el caso del ^{55}Fe la presencia de inestabilidades de la muestra es aún más crítica que en la calibración de nucleidos beta puros debido a las bajas energías de las partículas implicadas.

El objetivo principal del presente trabajo es preparar compuestos marcados con ^{55}Fe , cuya composición permita incorporarlos a las soluciones centelleadoras de elevado rendimiento utilizadas habitualmente, evitando los problemas mencionados.

El material que sirve de base para el marcado ha de cumplir ciertos requisitos que limitan enormemente el número de compuestos disponibles. En primer lugar, ha de ser soluble en tolueno y en segundo, lugar debe producir una extinción despreciable al incorporarse al líquido centelleador. En tercer lugar, debe permitir una síntesis a partir de los compuestos inorgánicos marcados disponibles comercialmente.

Ensayos anteriores, realizados con ^{32}P en fosfato de tributilo (1) y óxido de trifenil fosfina (2), muestran que es posible la incorporación del radionucleido a moléculas orgánicas con excelente resultado para su medida por centelleo líquido.

Si bien es conocida la formación de sales de ácidos orgánicos so-

lubles en hidrocarburos aromáticos y aplicadas en la técnica de recuento por centelleo líquido, como son los octoatos de Cd, Pb, Bi y U preparados por Ronzio (3) o el octoato de Rb obtenido por Flynn y Glendenin (4), en el caso de sales férricas la información es prácticamente inexistente para compuestos marcados con ^{55}Fe . En un trabajo anterior (5) se describe un ensayo realizado utilizando el ácido etil-hexil-fosfórico como complejante del ^{55}Fe .

Por estas razones se ha realizado una minuciosa revisión de posibles candidatos en la que se han seleccionado como aceptables los compuestos acetilacetato, benzoato y caprato férricos para proceder a una caracterización más detallada de su comportamiento en medidas por centelleo líquido. En el presente trabajo se estudia para cada uno de esos compuestos, y en tres centelleadores distintos, tolueno, INSTAGEL y HISAFE II, los siguientes aspectos:

- a) la influencia de la concentración sobre el grado de extinción de la muestra,
- b) su estabilidad radioquímica mediante análisis de su espectro y recuento total,

2. PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Aparatos y reactivos

En el proceso de preparación de los compuestos férricos se ha utilizado un rotavapor BÜCHI y en la medida de las muestras se ha empleado un espectrómetro de centelleo en fase líquida LKB 1219 Rackbeta, dotado de una fuente de ^{226}Ra para la calibración externa.

Se ha utilizado una disolución centelleadora del tipo tolueno cuya composición era: 1 litro de tolueno, 5 g de PPO y 0,3 g

de dimetil POPOP, así como los centelleadores comerciales INSTAGEL y HISAFE II, que permiten incorporar volúmenes relativamente elevados de muestras acuosas.

La determinación del volumen del centelleador se ha efectuado mediante dispensadores Brand previamente contrastados, de incertidumbre inferior a 1%. Todas las muestras se han preparado con 15 ml de solución centelleadora.

Para contener la disolución centelleadora y la radiactiva se han utilizado frascos de vidrio de bajo contenido en potasio.

Los reactivos empleados (p a), fueron los siguientes: acetil-acetona, ácido benzoico, ácido cáprico, etanol absoluto, benceno, $\text{Cl}_3\text{Fe} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y una disolución de $\text{Cl}_3^{55}\text{Fe}$, en HCl 0,1 M.

2.2 Procedimiento de preparación

Como paso previo a la síntesis de los tres compuestos, se procedió a la adición de portador y eliminación de agua de la disolución radiactiva mediante una mezcla azeotrópica con etanol. Para ello, se disolvió en un matraz evaporador 0,1 mmol de $\text{Cl}_3\text{Fe} \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en 2 ml de etanol absoluto al que se agregaron 10 μCi de $\text{Cl}_3^{55}\text{Fe}$. La disolución acuosa etanólica se destiló a vacío, manteniendo la temperatura por debajo de 40°C y agregando varias veces 4 ml de etanol absoluto con objeto de desplazar el agua.

2.2.1 Acetilacetato férrico $(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3^{55}\text{Fe}$

La disolución etanólica que contiene el $\text{Cl}_3^{55}\text{Fe}$ con portador se pasó a un matraz de 25 ml adicionándole 0,3 mmoles de acetilacetona y 10 ml de benceno, some-

tiendo la mezcla a una destilación para eliminar el etanol.

El residuo se pasó a un matraz de 50 ml enrasando con benceno.

2.2.2 Benzoato férrico $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$

La disolución etanólica preparada por el procedimiento común se pasó al matraz de 25 ml, se agregaron 0,3 mmoles de ácido benzoico y 10 ml de benceno y se mantuvo la mezcla a reflujo durante 2 horas. El residuo se pasó a un matraz de 50 ml adicionándole 5 ml de etanol absoluto y enrasando con benceno.

2.2.3 Caprato férrico $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$

En un matraz de 25 ml se colocó la disolución etanólica que contiene el Cl_3Fe y $Cl_3^{55}Fe$, se añadieron 0,3 mmoles de ácido cáprico y se disolvieron en 10 ml de benceno. A continuación se mantuvo la mezcla durante 2 horas a reflujo, se dejó enfriar y se pasó a un matraz de 50 ml, añadiéndole 5 ml de etanol absoluto y enrasando con benceno.

3. RESULTADOS

La concentración resultante para las tres disoluciones preparadas fue de 0,11 $\mu\text{g Fe}/\mu\text{l}$.

Para que una muestra sea aceptable como patrón de calibración es necesario comprobar su estabilidad y los efectos de extinción, especialmente química, que produce cuando se incorpora a diferentes centelleadores.

Para ello se han preparado muestras de acetilacetato, benzoato y caprato férrico en 15 ml de centelleadores de tipo toluénico, INSTAGEL y HISAFE II.

A continuación se ha procedido a realizar medidas con el equipo de centelleo, durante un período de un mes, determinando los valores del parámetro de extinción, los recuentos totales y el comportamiento de los espectros de las diferentes muestras.

3.1 Comportamiento de las muestras de acetilacetato férrico

El efecto de la extinción se ha estudiado, añadiendo cantidades crecientes de sal férrica a los 15 ml de cada centelleador. Las muestras presentan una coloración rojiza progresiva, que lleva consigo una fuerte variación del parámetro de extinción con la concentración, como se aprecia en las figuras 1-3 para los tres centelleadores.

Para estudiar la estabilidad radioquímica, se han utilizado dos clases de muestras, con concentraciones 2,35 y 4,7 $\mu\text{g/ml}$ de $(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3^{55}\text{Fe}$, equivalentes a 0,37 y 0,74 $\mu\text{g Fe}^{+++}/\text{ml}$.

En las figuras 4-5 se muestra la evolución temporal de los espectros obtenidos con las dos concentraciones y en los tres

centelleadores. Se aprecia que las muestras de concentración inferior son claramente inestables.

Para estimar cuantitativamente el grado de estabilidad se ha estudiado también, a lo largo del tiempo, la evolución del cociente:

$$\frac{N}{\langle N \rangle}$$

donde N es la tasa de recuento total de ^{55}Fe y $\langle N \rangle$ es el valor medio en el período considerado. En la tabla 1 se muestran los valores a lo largo de 25 días para la muestra de 2,35 $\mu\text{g/ml}$, y en la tabla 2 los correspondientes a la concentración 4,7 $\mu\text{g/ml}$ a lo largo de 30 días, en los tres centelleadores. Se observa que la muestra de menor concentración es claramente inestable en los tres centelleadores, con pérdidas de recuento que superan incluso el 10%. En HISAFE II, la muestra se podría considerar estable a corto plazo, con pérdidas de 0,12% al día. En cambio, la muestra de 4,7 $\mu\text{g/ml}$ es perfectamente estable en los tres centelleadores, con variaciones caracterizadas por desviaciones típicas inferiores a 0,5%, debidas a fluctuaciones estadísticas.

3.2 Comportamiento de las muestras de benzoato férrico

El efecto de extinción se ha estudiado de forma semejante al caso anterior. Las muestras no presentan coloración apreciable por debajo de 20 $\mu\text{g/ml}$ de benzoato. La variación del parámetro de extinción con la concentración en los tres centelleadores se refleja en las figuras 6-8.

Para estudiar la estabilidad radioquímica, se han utilizado dos muestras con concentraciones 2,73 y 5,46 $\mu\text{g/ml}$ de benzoa-

to férrico, e idéntica concentración en ión Fe^{+++} que el acetilacetionato férrico.

En las figuras 9-10 aparece la evolución temporal de los espectros obtenidos con ambas concentraciones en los tres centelleadores.

Se observa que las muestras son claramente inestables en el centelleador de tolueno, en las dos concentraciones. La muestra de baja concentración es inestable, para INSTAGEL son pérdidas de recuento que superan el 17% mientras que para HISAFE II se podría aceptar como estable a corto plazo, con pérdidas inferiores al 0,05% por día. La muestra de alta concentración es estable para INSTAGEL y HISAFE II, con variaciones debidas a fluctuación estadística, inferiores a 0,6%.

En las tablas 3-4 se muestra la evolución temporal de los cocientes $N/\langle N \rangle$.

3.3 Comportamiento de las muestras de caprato férrico

La extinción de este compuesto se ha estudiado de forma análoga a la de los dos anteriores. Las muestras no presentan coloración por debajo de 28 $\mu\text{g/ml}$ de caprato. El comportamiento del parámetro de extinción con la concentración en los tres centelleadores se refleja en las figuras 11-13.

La estabilidad se ha estudiado con dos muestras de concentraciones 3,75 y 7,6 $\mu\text{g/ml}$ de caprato, con idéntica concentración de ión Fe^{+++} que las muestras de los otros compuestos.

En las figuras 14-15 aparece la evolución temporal de los espectros obtenidos. Se observa que las muestras son inestables en tolueno, en ambas concentraciones con pérdidas superiores

al 30%. La muestra de baja concentración es inestable en INSTAGEL, con pérdidas de recuento superiores al 13%, pero se podría aceptar como estable a corto plazo en HISAFE II, con pérdidas inferiores a 0,06% por día. La muestra de alta concentración es estable en ambos centelleadores, con variaciones debidas a fluctuación estadística inferior al 0,6%.

En las tablas 5-6 se refleja la variación temporal de los cocientes $N/\langle N \rangle$.

4. DISCUSION Y CONCLUSIONES

En la tabla 7 se resume el efecto extintor de los tres compuestos mediante el valor de la variación del parámetro de extinción por cada unidad de concentración ($\mu\text{g/ml}$) del compuesto, en cada caso uno de los tres centelleadores. Se observa que el acetilacetato produce una extinción química intensa, mientras que en los otros dos compuestos la extinción es mucho menor y perfectamente aceptable en los intervalos de medidas habituales de medidas por centelleo líquido.

Del estudio espectral se concluye que el acetilacetato es estable, en la concentración alta, en los tres centelleadores. Sin embargo, los otros dos compuestos sólo son estables en la concentración alta y en los centelleadores INSTAGEL y HISAFE II, pero no en tolueno.

En la tabla 8 se resumen las variaciones máximas de las medidas de estabilidad en cada compuesto y centelleador.

Como conclusión final, se deduce que el acetilacetato férrico, a pesar de ser estable en los tres centelleadores estudiados, presenta el inconveniente de su alta extinción, y que el benzonato y el caprato férricos aunque sólo son estables en INSTAGEL y HISAFE II ofrecen la ventaja de una extinción despreciable en las concentraciones

de interés. Además, en períodos cortos, de unos pocos días, los tres compuestos se pueden considerar estables en HISAFE II, con pérdidas inferiores a 0,08% por día, para muestras de baja concentración y despreciable para las de alta concentración.

5. REFERENCIAS

- (1) L. Rodríguez Barquero, A. Grau Malonda, J.M. Los Arcos Merino y C. Suárez Contreras. Report CIEMAT n° 623 (1988).
- (2) L. Rodríguez Barquero, J.M. Los Arcos Merino and A. Grau Malonda. Int. Conference on New Trends in Liquid Scintillation Counting and Organic Scintillations. Gatlinburg, Tennessee, USA (1989).
- (3) L. Rodríguez Barquero, A. Grau Malonda, J.M. Los Arcos Merino y C. Suárez Contreras. Anales de Física B, 85, 131 (1989).
- (4) A.R. Ronzio, Intern. J. Appl. Radiation and Isotopes 4, 196 (1959).
- (5) K.F. Flynn and L.E. Glendenin, Phys. Rev. 116, 744 (1959).

6. TABLAS

TABLA 1

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 2,35 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,0382 | 1,0433 | 1,0035 |
| 1 | 1,0265 | 1,0206 | 1,0074 |
| 2 | 1,0255 | 1,0134 | 0,9939 |
| 3 | 1,0066 | 1,0280 | 1,0070 |
| 4 | 1,0051 | 1,0298 | 1,0109 |
| 7 | 1,0020 | 1,0245 | 1,0089 |
| 8 | 0,9984 | 1,0233 | 1,0015 |
| 9 | 0,9977 | 1,0059 | 1,0117 |
| 10 | 0,9918 | 1,0083 | 1,0078 |
| 11 | 0,9954 | 1,0049 | 1,0007 |
| 14 | 0,9883 | 1,0012 | 0,9949 |
| 15 | 0,9892 | 0,9904 | 0,0014 |
| 16 | 0,9816 | 0,9958 | 0,9953 |
| 17 | 0,9826 | 0,9974 | 0,9953 |
| 18 | 0,9813 | 0,9940 | 0,9961 |
| 22 | 0,9882 | 0,9802 | 0,9958 |
| 23 | 0,9869 | 0,9545 | 0,9870 |
| 24 | 0,9842 | 0,9468 | 0,9835 |
| 25 | 0,9796 | 0,9354 | 0,9730 |

TABLA 2

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 4,70 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,0015 | 0,9986 | 1,0013 |
| 1 | 0,9985 | 1,0074 | 0,9955 |
| 2 | 0,9969 | 1,0054 | 0,9961 |
| 3 | 0,9970 | 0,9981 | 1,0031 |
| 4 | 1,0009 | 0,9986 | 0,9982 |
| 7 | 1,0080 | 0,9986 | 1,0000 |
| 8 | 1,0074 | 0,9953 | 1,0036 |
| 9 | 1,0018 | 0,9956 | 0,9955 |
| 10 | 0,9989 | 1,0060 | 0,9978 |
| 11 | 1,0051 | 0,9968 | 1,0013 |
| 14 | 0,9958 | 1,0074 | 0,9958 |
| 15 | 0,9996 | 1,0045 | 0,9936 |
| 16 | 1,0080 | 0,9968 | 0,9985 |
| 17 | 1,0047 | 0,9935 | 0,9965 |
| 18 | 1,0081 | 0,9965 | 0,9987 |
| 22 | 1,0071 | 0,9989 | 1,0039 |
| 23 | 0,9978 | 1,0089 | 0,9935 |
| 24 | 1,0078 | 0,9985 | 0,9981 |
| 25 | 0,9998 | 1,0090 | 0,9980 |
| 29 | 1,0084 | 0,9983 | 0,9989 |
| 30 | 1,0009 | 0,9968 | 1,0032 |

TABLA 3

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 2,75 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,1650 | 1,0969 | 1,0050 |
| 1 | 1,0277 | 1,0769 | 1,0130 |
| 2 | 0,9667 | 1,0655 | 1,0181 |
| 5 | 0,9479 | 1,0592 | 1,0113 |
| 6 | 0,9391 | 1,0363 | 1,0028 |
| 7 | 0,9402 | 1,0415 | 1,0045 |
| 8 | --- | 1,0228 | 1,0118 |
| 14 | --- | 1,0078 | 0,9972 |
| 15 | --- | 1,0000 | 0,9998 |
| 18 | --- | 0,9550 | 0,9953 |
| 19 | --- | 0,9458 | 0,9932 |
| 20 | --- | 0,9394 | 0,9966 |
| 24 | --- | 0,9237 | 0,9932 |
| 26 | --- | 0,9223 | 0,9864 |
| 28 | --- | 0,9180 | 0,9832 |

TABLA 4

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 5,54 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,0211 | 1,0069 | 0,9989 |
| 1 | 0,9982 | 1,0038 | 1,0008 |
| 2 | 0,9754 | 0,9957 | 1,0067 |
| 5 | 0,9432 | 1,0059 | 0,9981 |
| 6 | 0,9381 | 0,9953 | 1,0002 |
| 7 | 0,9252 | 0,9990 | 1,0040 |
| 8 | --- | 1,0042 | 1,0032 |
| 14 | --- | 1,0006 | 0,9985 |
| 15 | --- | 0,9972 | 0,9994 |
| 18 | --- | 0,9983 | 1,0048 |
| 19 | --- | 0,9950 | 0,9997 |
| 20 | --- | 1,0012 | 0,9943 |
| 21 | --- | 1,0042 | 1,0037 |
| 24 | --- | 0,9983 | 0,9943 |
| 26 | --- | 1,0043 | 1,0059 |
| 28 | --- | 0,9958 | 1,0063 |

TABLA 5

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 3,75 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,2029 | 1,0742 | 0,9983 |
| 1 | 0,9726 | 1,0552 | 1,0068 |
| 3 | 0,8775 | 1,0438 | 1,0091 |
| 4 | 0,8814 | 1,0449 | 1,0055 |
| 7 | 0,8802 | 1,0390 | 1,0103 |
| 10 | --- | 1,0101 | 1,0054 |
| 12 | --- | 1,0008 | 1,0027 |
| 14 | --- | 0,9684 | 1,0021 |
| 18 | --- | 0,9651 | 0,9999 |
| 19 | --- | 0,9620 | 1,0023 |
| 20 | --- | 0,9552 | 0,9982 |
| 24 | --- | 0,9444 | 0,9953 |
| 26 | --- | 0,9386 | 0,9950 |
| 27 | --- | 0,9388 | 0,9927 |
| 28 | --- | 0,9378 | 0,9913 |

TABLA 6

ESTABILIDAD DE MUESTRAS DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$ PARA
CONCENTRACIÓN 7,50 $\mu g/ml$

| Tiempo | Tolueno | INSTAGEL | HISAFE II |
|--------|---------|----------|-----------|
| 0 | 1,1817 | 1,0023 | 0,9985 |
| 1 | 0,0970 | 1,0011 | 0,9968 |
| 3 | 0,9628 | 0,9980 | 1,0060 |
| 4 | 0,8775 | 0,9988 | 1,0063 |
| 7 | 0,8762 | 1,0040 | 1,0040 |
| 10 | --- | 1,0028 | 1,0000 |
| 12 | --- | 1,0019 | 0,9983 |
| 14 | --- | 0,9946 | 0,9963 |
| 18 | --- | 1,0007 | 0,9972 |
| 19 | --- | 0,9957 | 1,0001 |
| 20 | --- | 1,0047 | 1,0034 |
| 24 | --- | 0,9928 | 1,0023 |
| 26 | --- | 0,9913 | 0,9928 |
| 27 | --- | 0,9998 | 0,9949 |
| 28 | --- | 1,9952 | 1,0032 |

TABLA 7

VARIACIÓN DEL PARÁMETRO DE EXTINCIÓN POR CADA UNIDAD
DE CONCENTRACIÓN DEL COMPUESTO ($\mu\text{g/ml}$)

| | $(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3^{55}\text{Fe}$ | $(\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2)_3^{55}\text{Fe}$ | $(\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{O}_2)_3^{55}\text{Fe}$ |
|-----------|--|--|--|
| TOLUENO | 18,93 | 4,87 | 2,8 |
| INSTAGEL | 18,29 | 1,44 | 0,66 |
| HISAFE II | 5,11 | 0,72 | 0,40 |

TABLA 8

VARIACIONES MÁXIMOS PORCENTUALES DE LAS MEDIDAS DE ESTABILIDAD
PARA LAS CONCENTRACIONES ESTUDIADAS

| | $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ 2,35µg/ml 4,70µg/ml | | $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ 2,75µg/ml 5,54µg/ml | | $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$ 3,75µg/ml 7,50µg/ml | |
|-----------|--|------|--|-------|--|--------|
| TOLUENO | 5,56% | 0,4% | 22,48% | 9,51% | 32,07% | 30,55% |
| INSTAGEL | 10,79% | 0,5% | 17,89% | 0,5% | 13,64% | 0,5% |
| HISAFE II | 3,05% | 0,3% | 2,18% | 0,6% | 1,78% | 0,6% |

7. FIGURAS

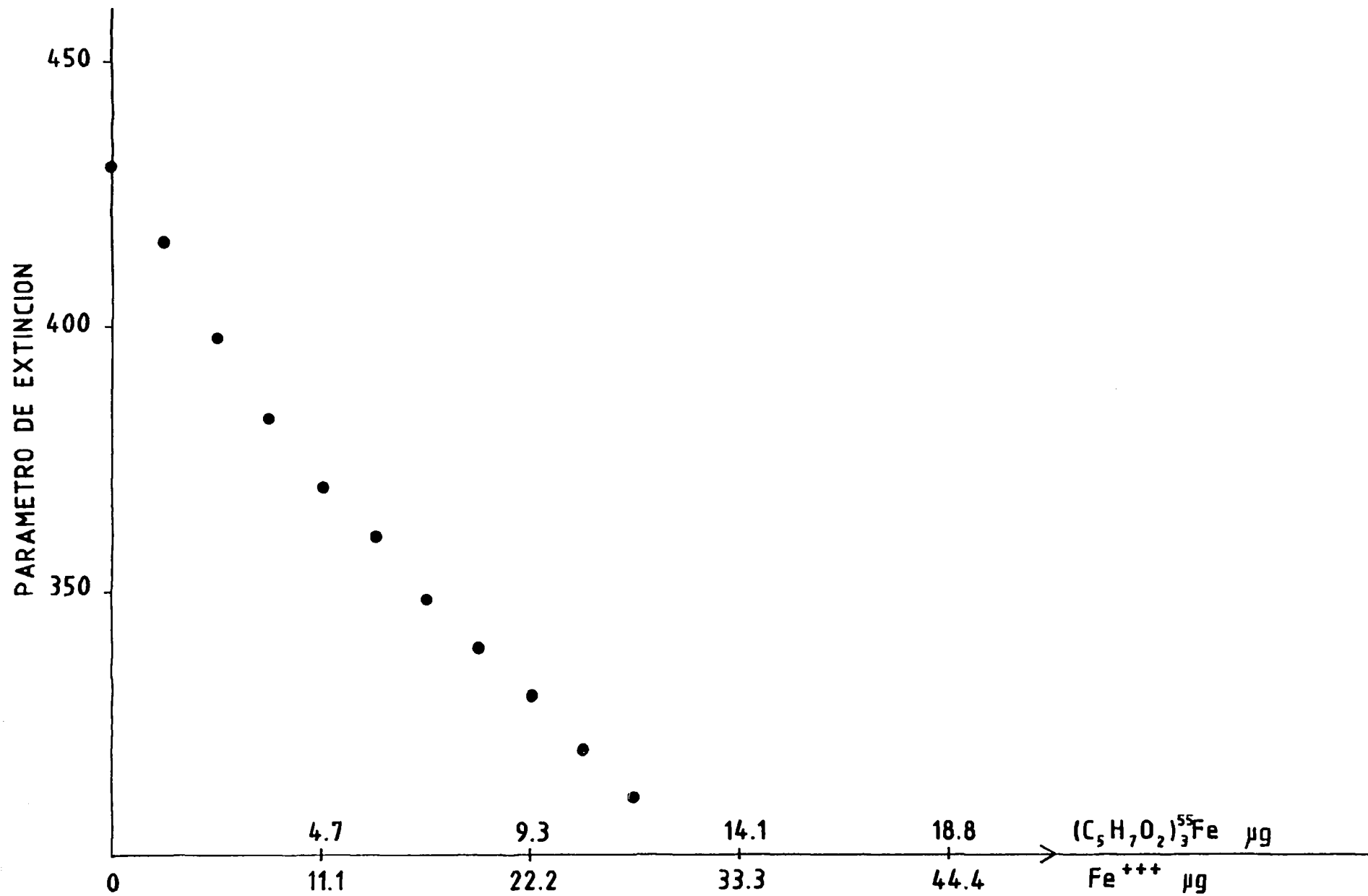


FIG. 1 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN TOLUENO. (15ml)

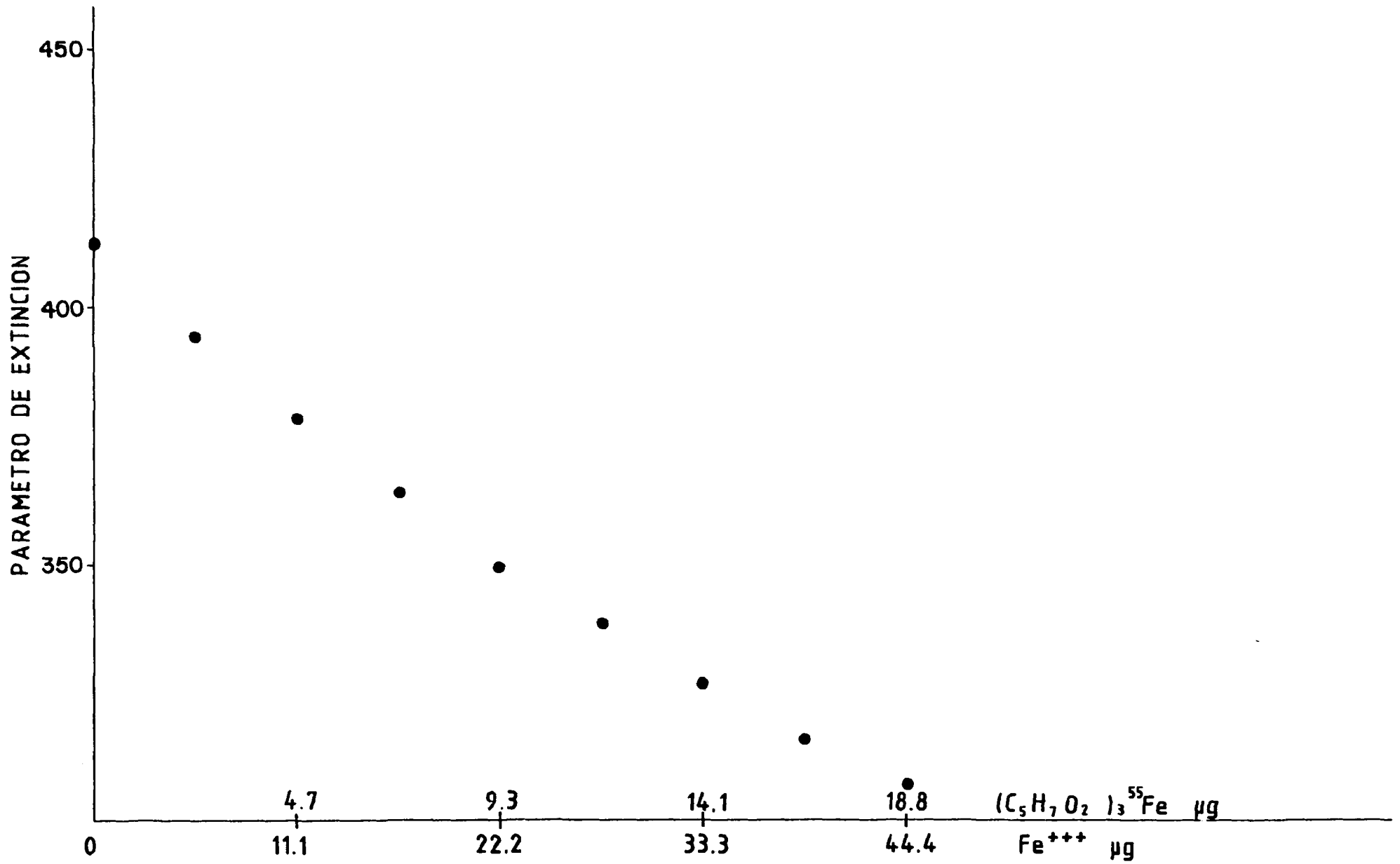


FIG.- 2 EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN INSTAGEL (15ml)

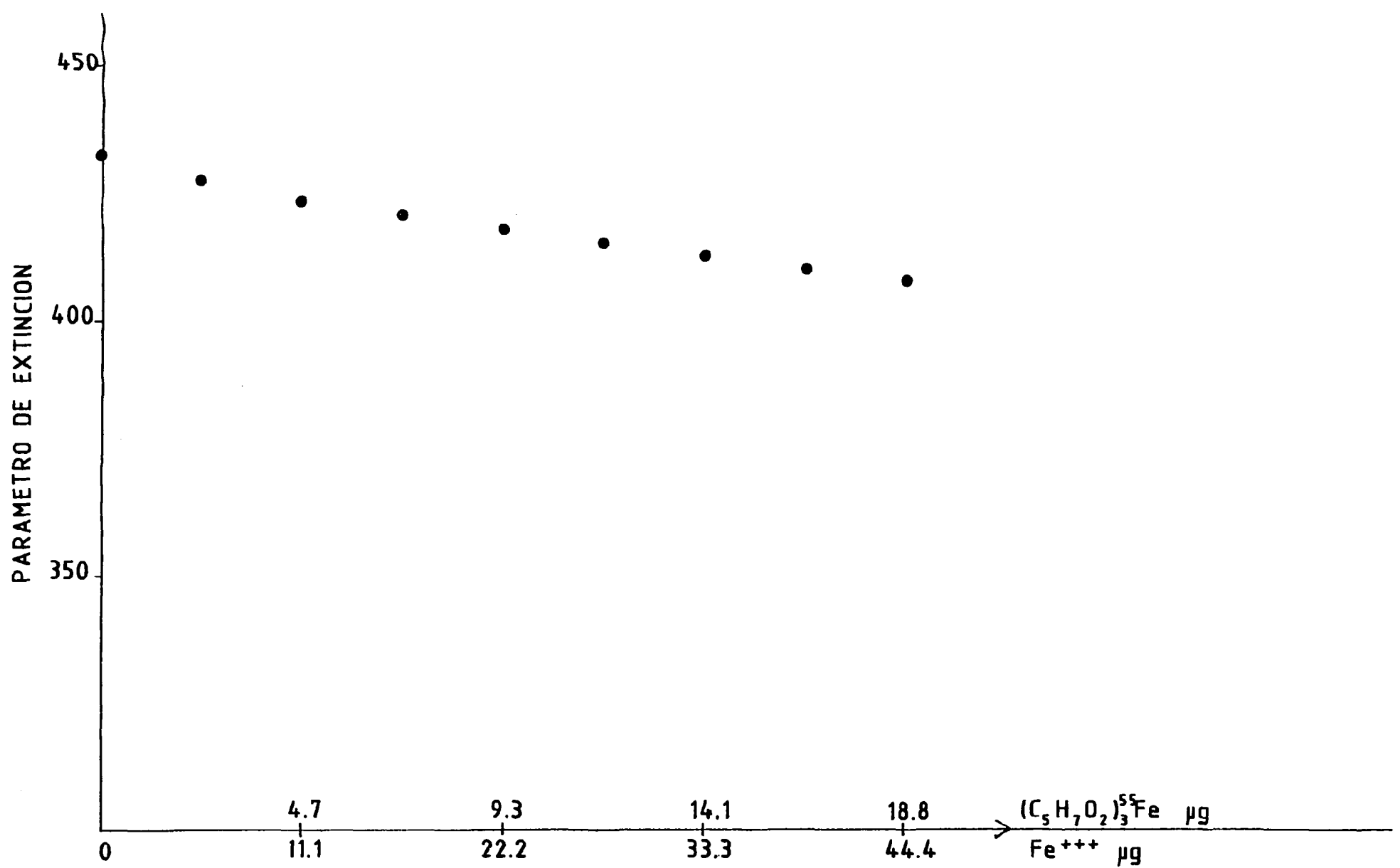


FIG.- 3. EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN HISAFE II (15ml).

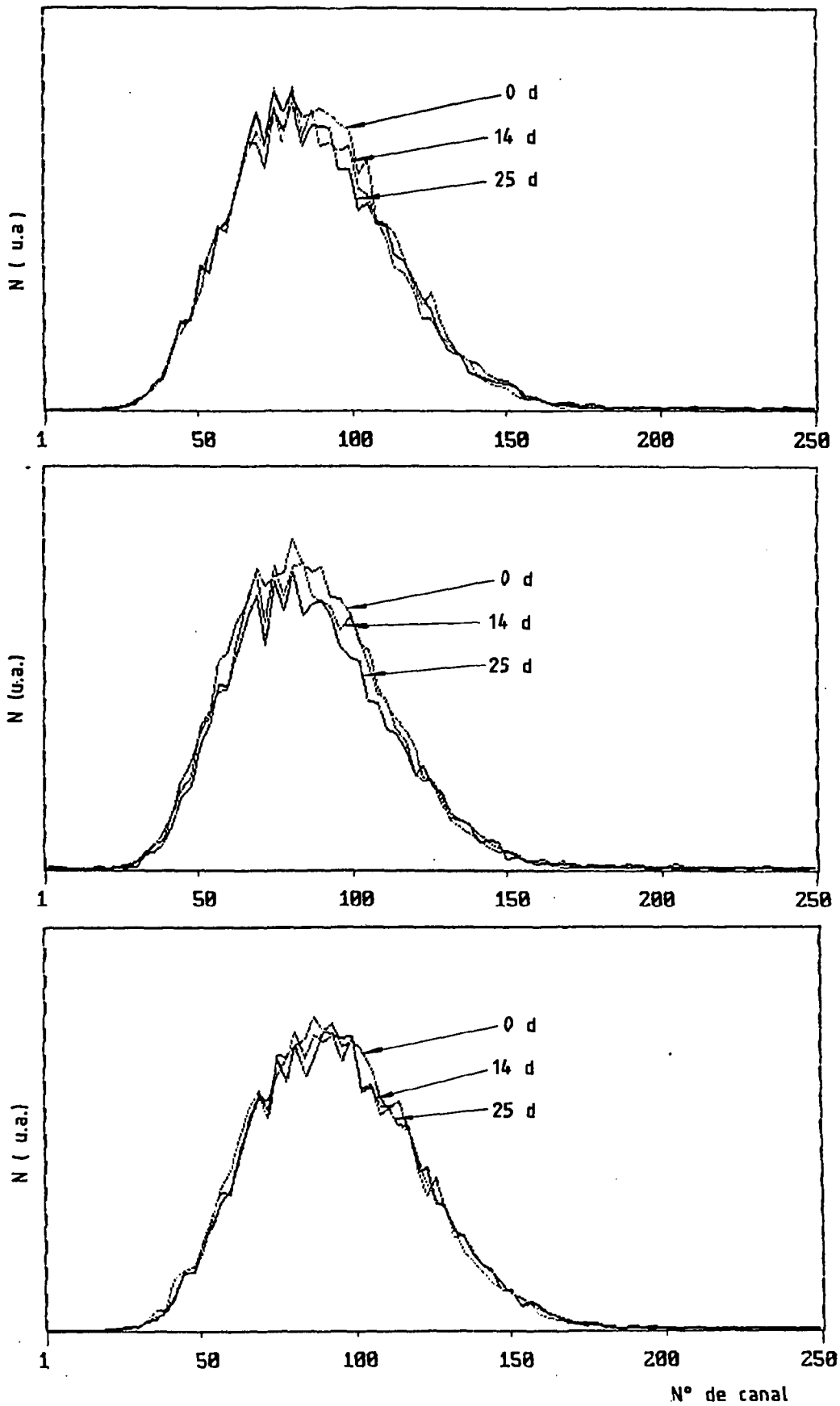


FIG. 4.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_5H_7O_2)^{55}Fe$ DE CONCENTRACION 2,35 $\mu g/ml$

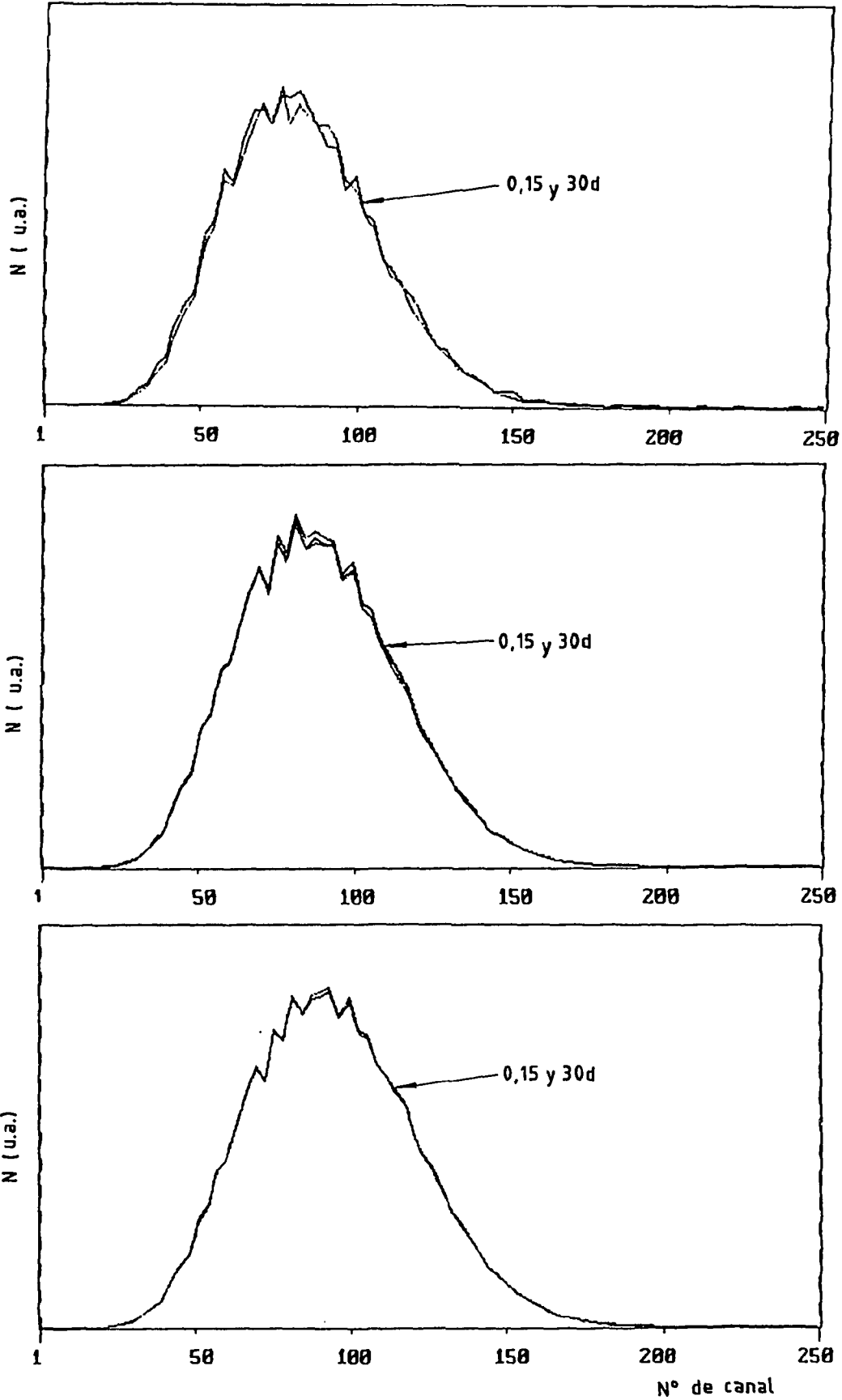


FIG. 5.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_5H_7O_2)_3^{55}Fe$ DE CONCENTRACION 4,70 $\mu g/ml$

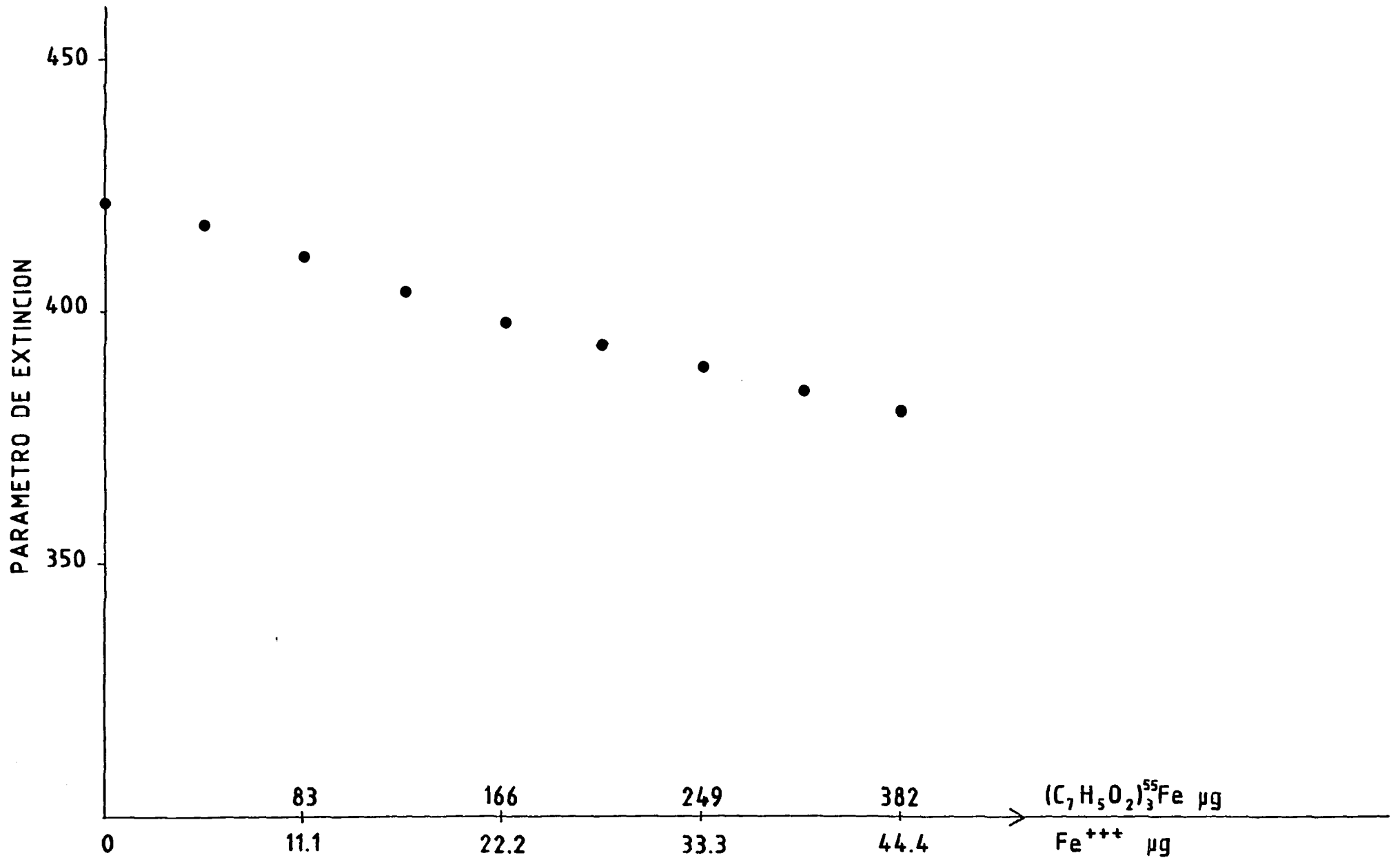


FIG.- 6. EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN TOLUENO (15ml)

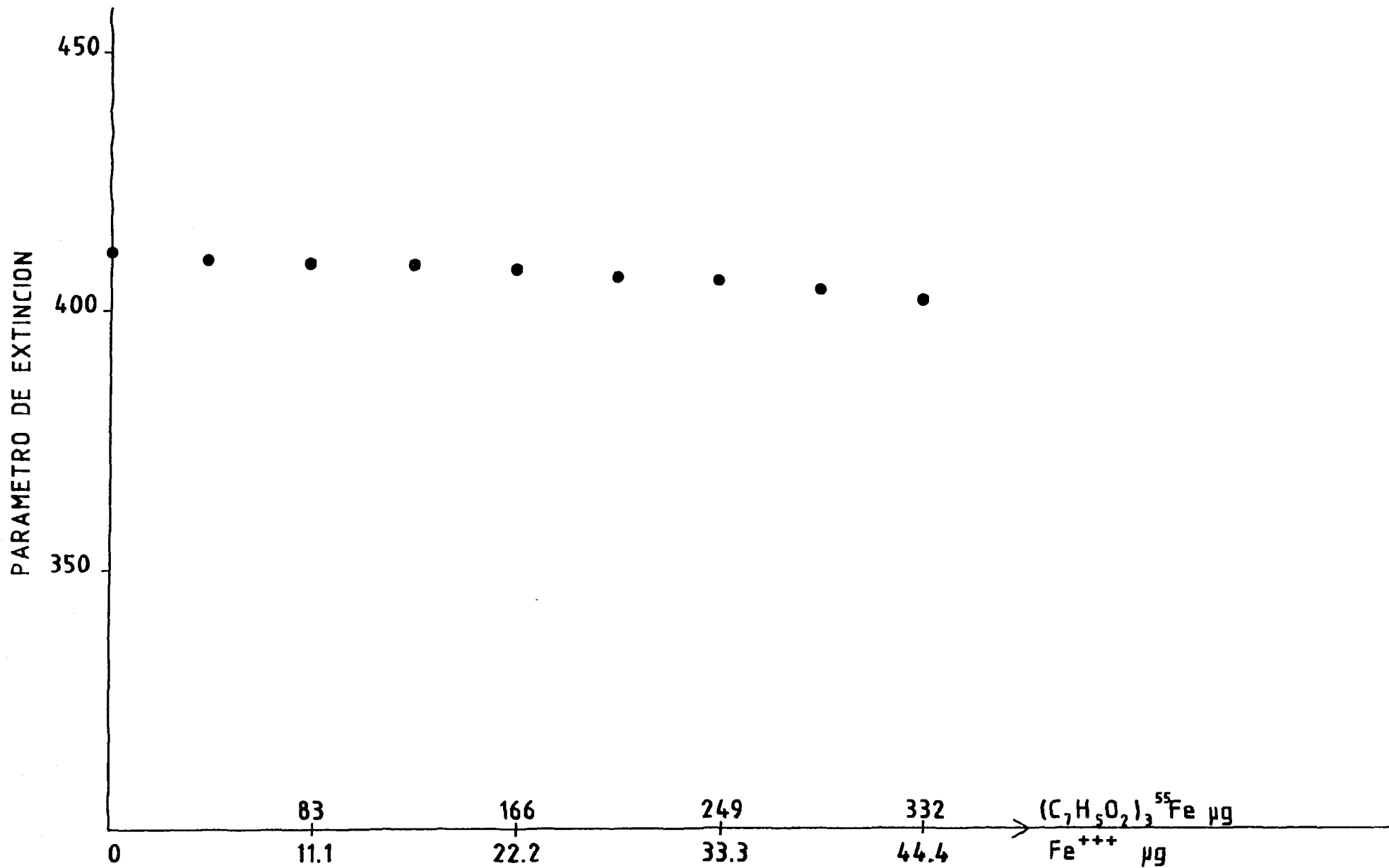


FIG.- 7. EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN INSTAGEL (15ml)

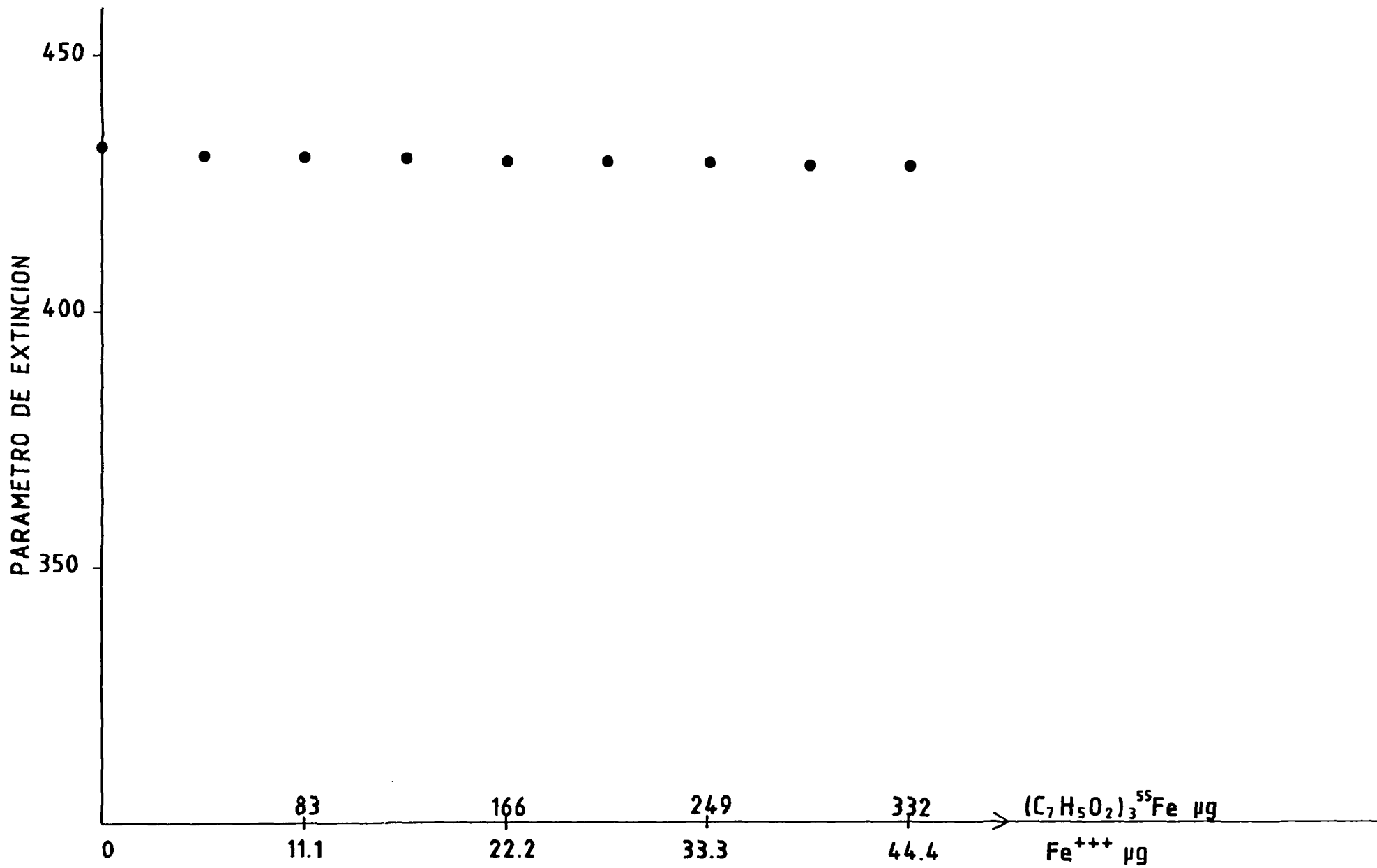


FIG.-8 EFECTO. DE LA CONCENTRACION DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN HISAFE II (15ml)

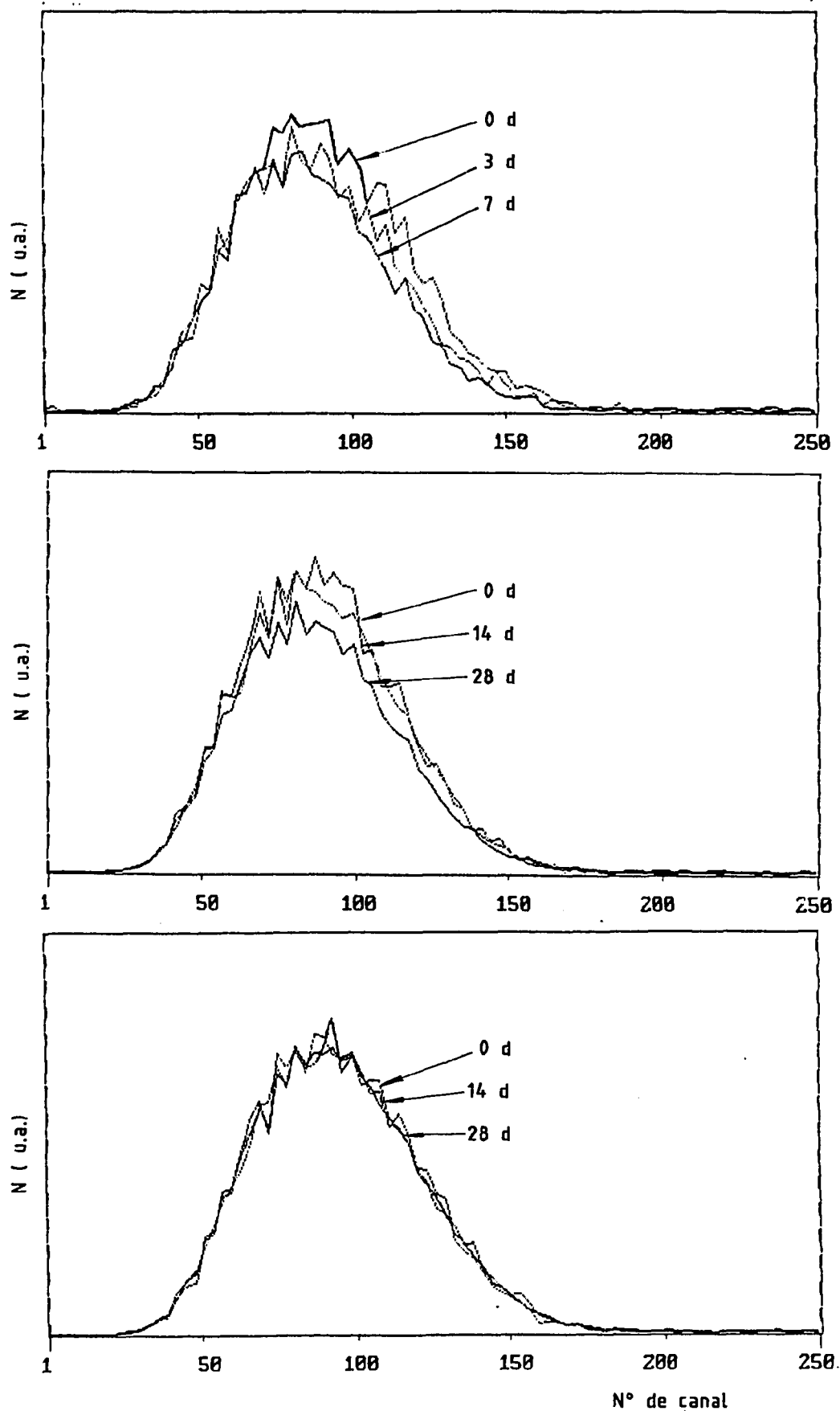


FIG. 9.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ DE CONCENTRACION 2.75 $\mu g/ml$

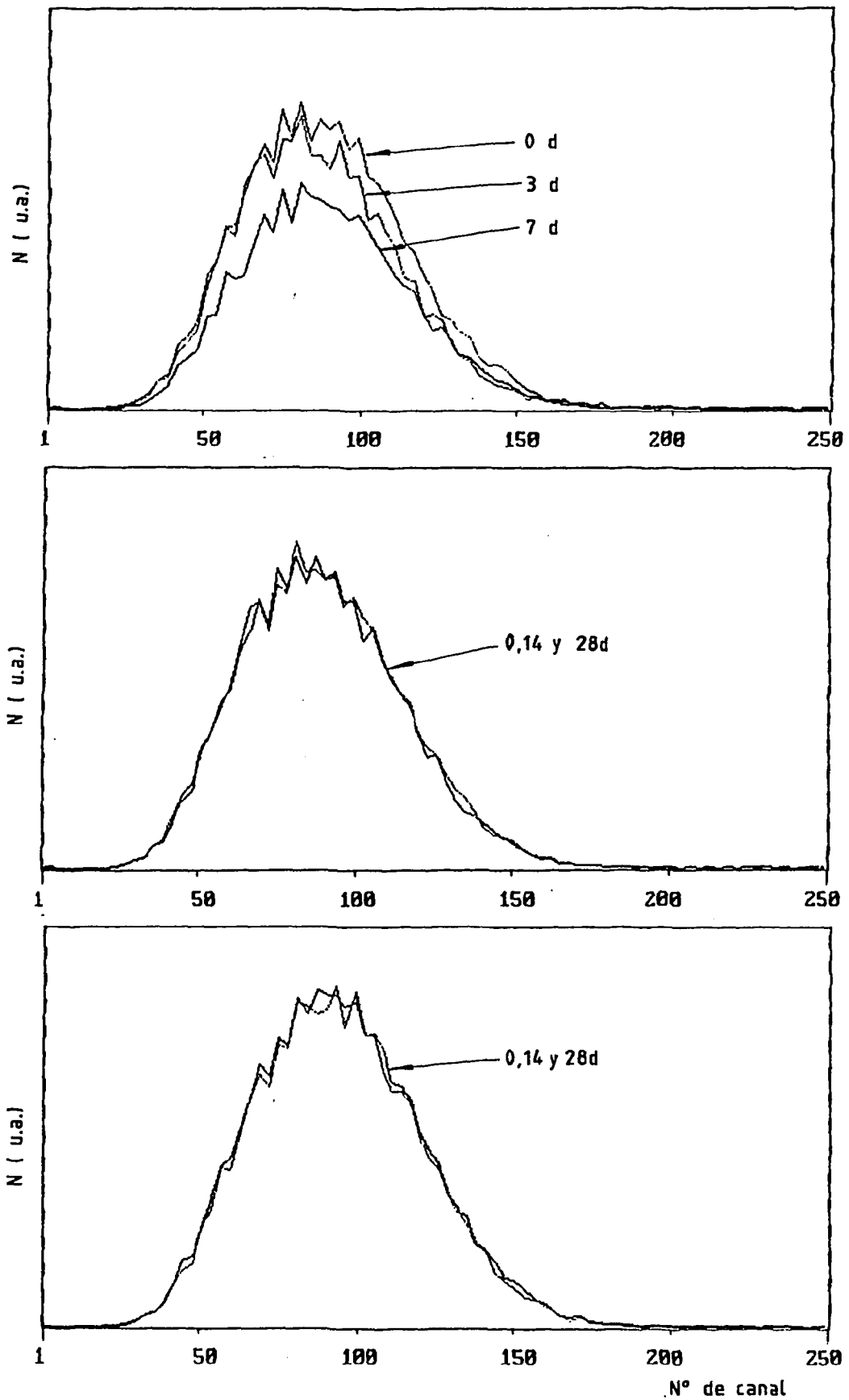


FIG. 10.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_7H_5O_2)_3^{55}Fe$ DE CONCENTRACION 5,54 $\mu g/ml$

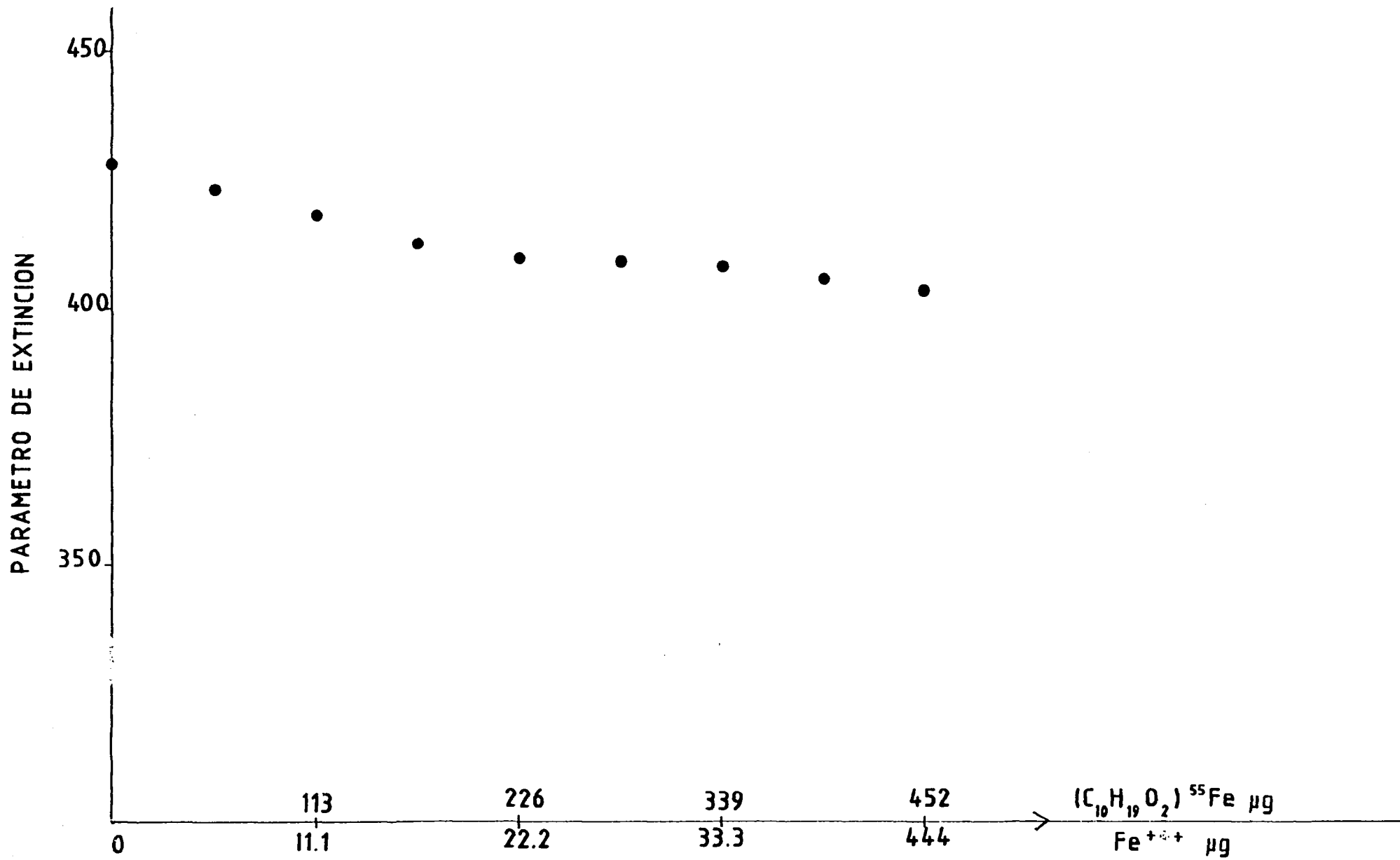


FIG. 11.- EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_{10}H_{19}O_2)^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN TOLUENO (15 mL)

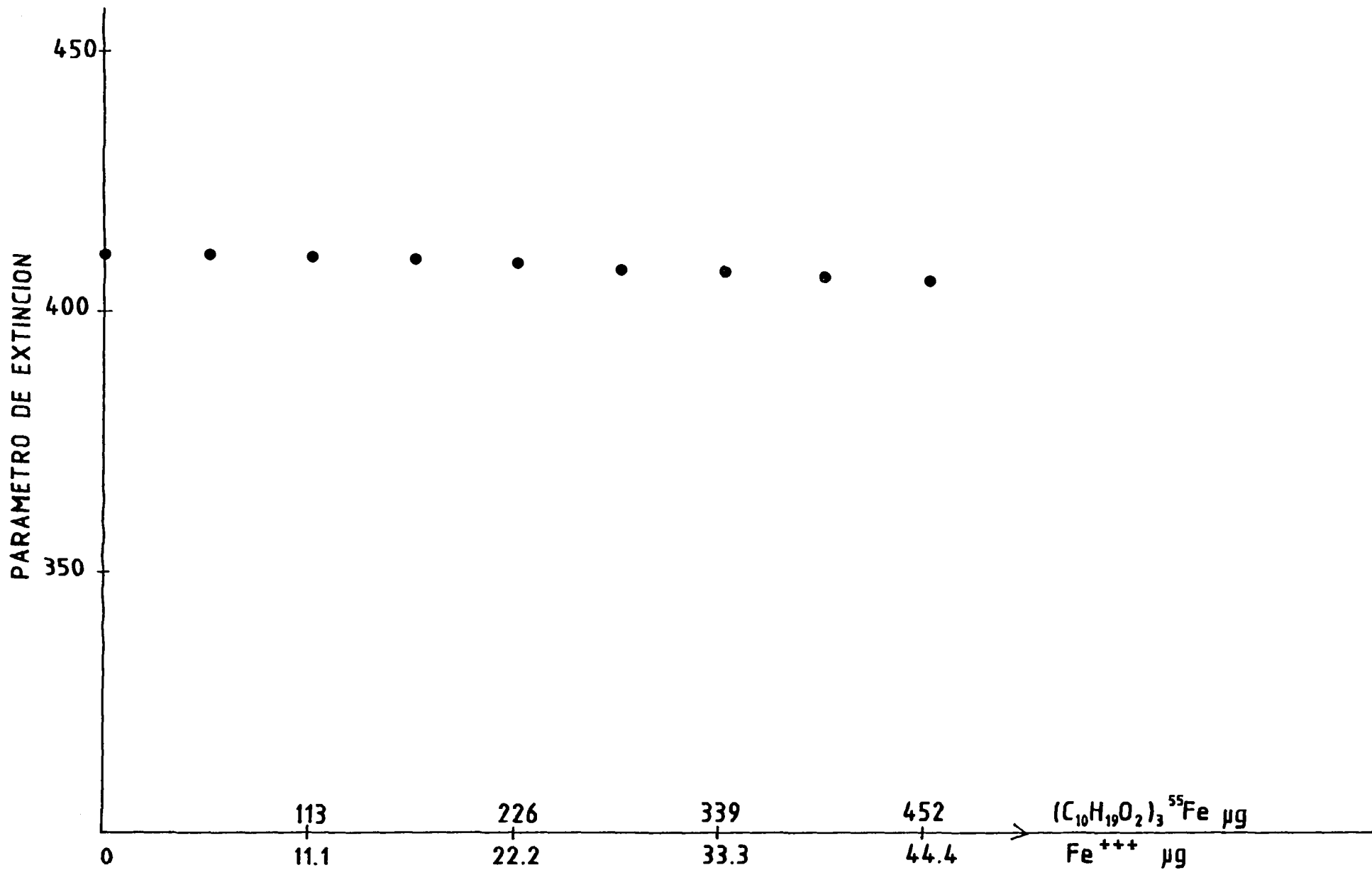


FIG.12. EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3 {}^{53}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN INSTAGEL (15ml)

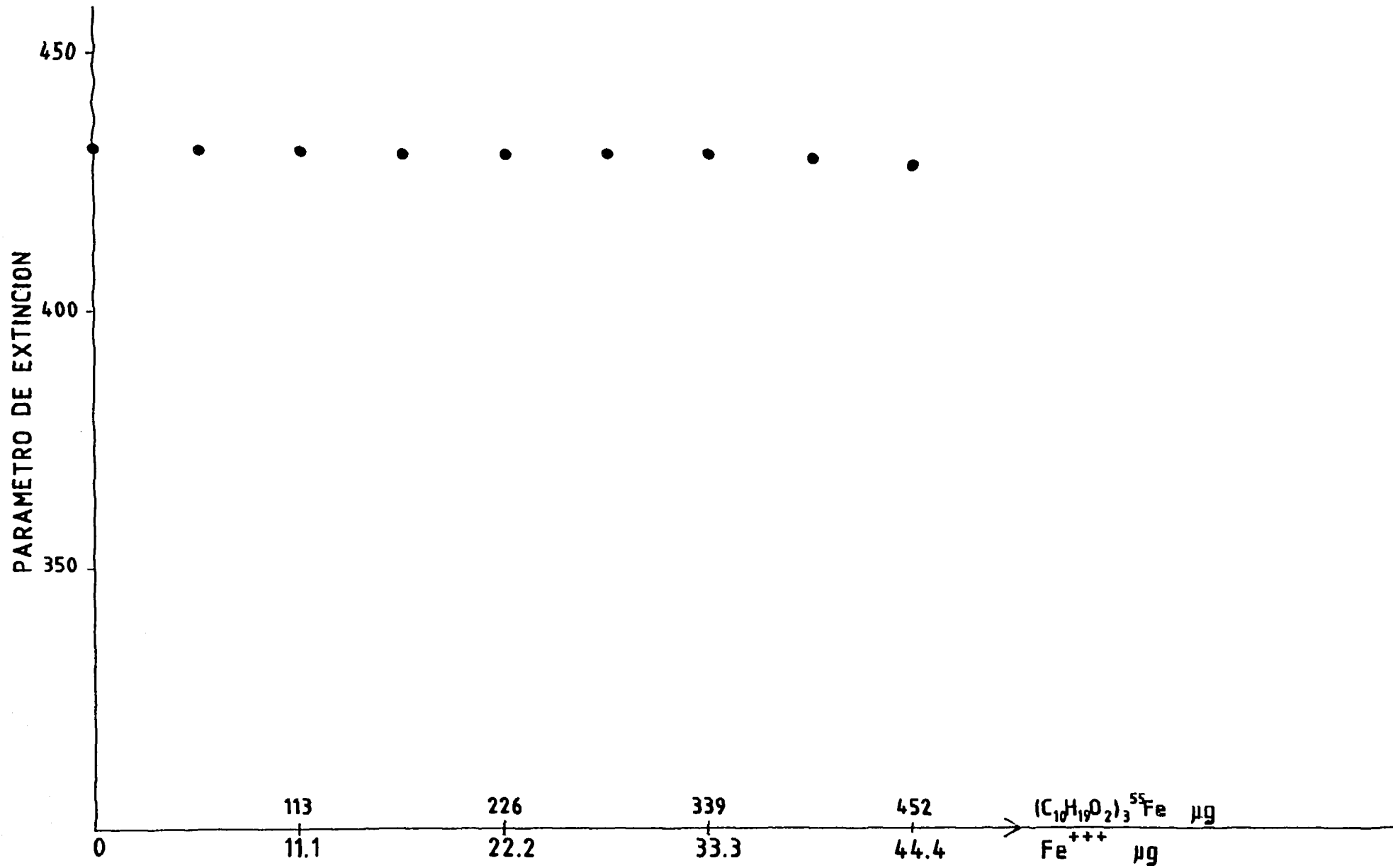


FIG.13. EFECTO DE LA CONCENTRACION DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3 {}^{55}Fe$ SOBRE LA EXTINCION, EN HISAFE II (15ml)

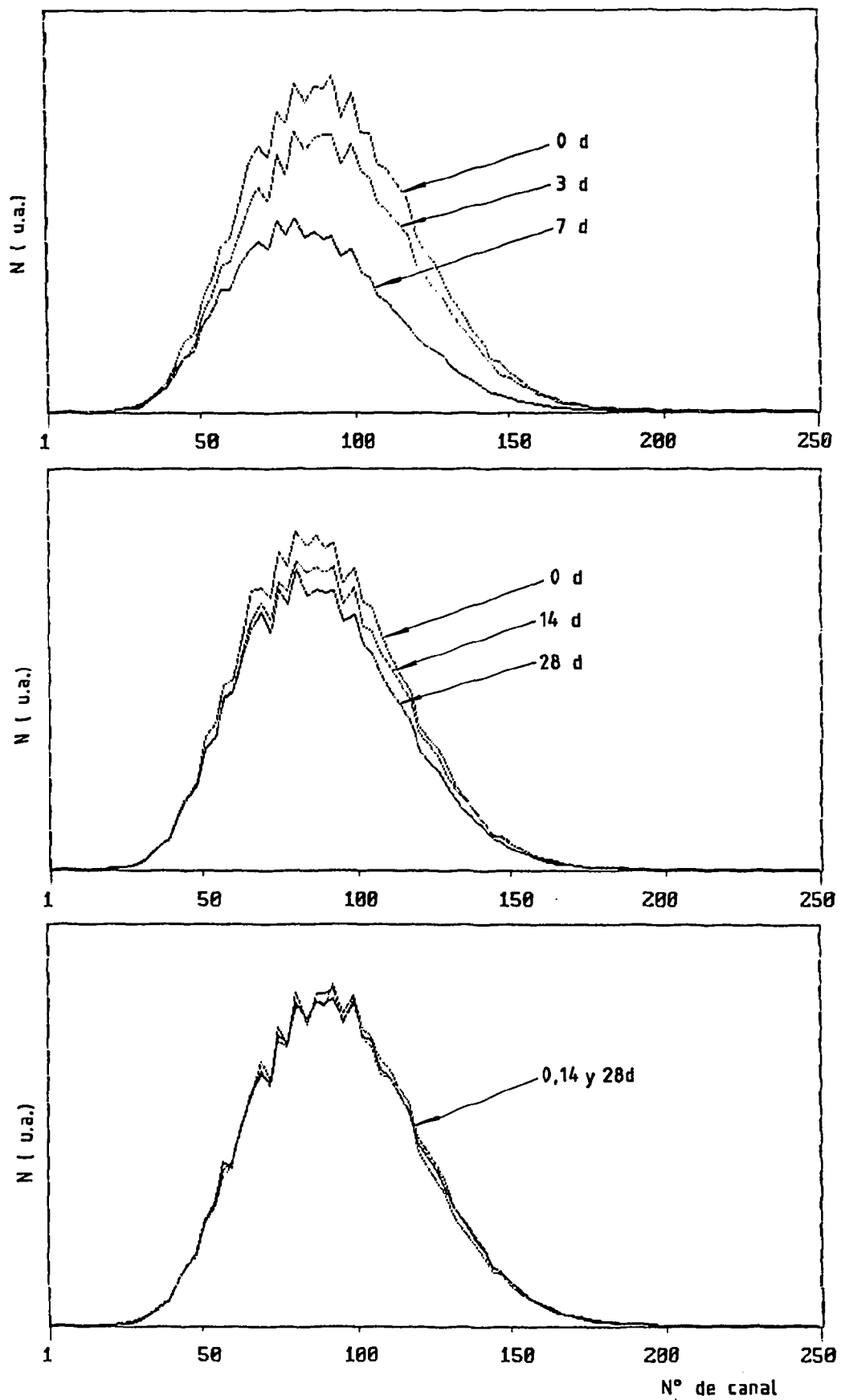


FIG. 14.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$ DE CONCENTRACION $3,75 \mu g/ml$

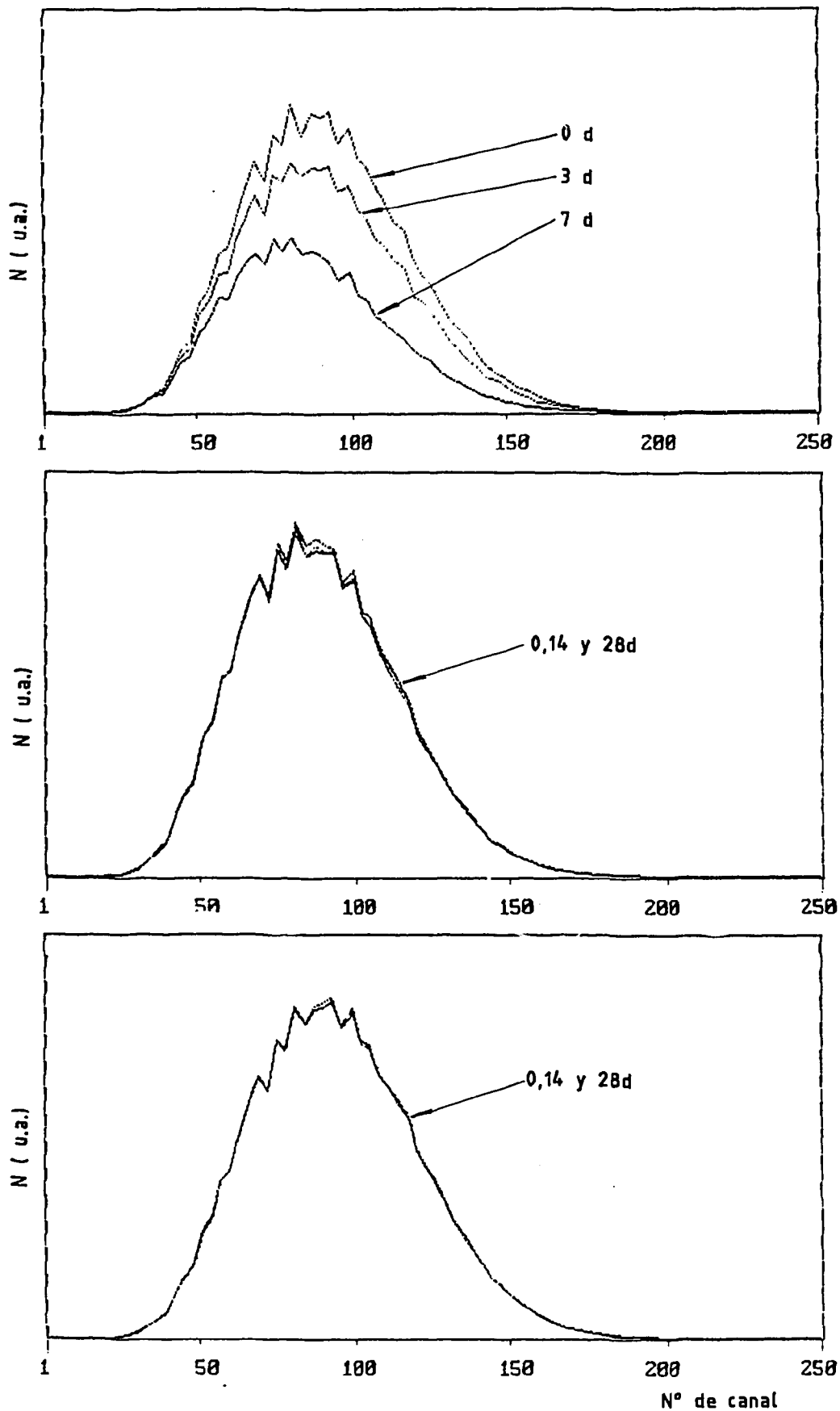


FIG. 15.- EVOLUCION TEMPORAL DE MUESTRAS DE $(C_{10}H_{19}O_2)_3^{55}Fe$ DE CONCENTRACION 7,50 $\mu g/ml$

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férrico marcados con ^{55}Fe y ensayos de aplicación en medidas por centelleo líquido"

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.
Se describen los métodos de preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férricos marcados con ^{55}Fe y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento en distintas concentraciones para medidas por centelleo líquido con tolueno, INSTAGEL y HISAFE II. Se concluye que el acetilacetato férrico es estable en los tres centelleadores pero presenta el inconveniente de una fuerte extinción y que el benzoato y caprato férricos sólo son estables en INSTAGEL y HISAFE II, con extinción despreciable en las concentraciones de interés en medidas habituales.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxylic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férrico marcados con ^{55}Fe y ensayos de aplicación en medidas por centelleo líquido"

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.
Se describen los métodos de preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férricos marcados con ^{55}Fe y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento en distintas concentraciones para medidas por centelleo líquido con tolueno, INSTAGEL y HISAFE II. Se concluye que el acetilacetato férrico es estable en los tres centelleadores pero presenta el inconveniente de una fuerte extinción y que el benzoato y caprato férricos sólo son estables en INSTAGEL y HISAFE II, con extinción despreciable en las concentraciones de interés en medidas habituales.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxylic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férrico marcados con ^{55}Fe y ensayos de aplicación en medidas por centelleo líquido"

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.
Se describen los métodos de preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férricos marcados con ^{55}Fe y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento en distintas concentraciones para medidas por centelleo líquido con tolueno, INSTAGEL y HISAFE II. Se concluye que el acetilacetato férrico es estable en los tres centelleadores pero presenta el inconveniente de una fuerte extinción y que el benzoato y caprato férricos sólo son estables en INSTAGEL y HISAFE II, con extinción despreciable en las concentraciones de interés en medidas habituales.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxylic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férrico marcados con ^{55}Fe y ensayos de aplicación en medidas por centelleo líquido"

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.
Se describen los métodos de preparación de acetilacetato, benzoato y caprato férricos marcados con ^{55}Fe y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento en distintas concentraciones para medidas por centelleo líquido con tolueno, INSTAGEL y HISAFE II. Se concluye que el acetilacetato férrico es estable en los tres centelleadores pero presenta el inconveniente de una fuerte extinción y que el benzoato y caprato férricos sólo son estables en INSTAGEL y HISAFE II, con extinción despreciable en las concentraciones de interés en medidas habituales.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxylic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe and tests of application to liquid scintillation measurements".

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.

The methods of preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe are described. The quenching effect, the spectral behaviour and the count rate stability are studied by liquid scintillation measurements in toluene, INSTAGEL and HISAFE II, for two different values of the sample concentration. The ferric acetylacetonate is stable for all the three scintillators but shows a strong quench, while the ferric benzoate and caprate are stable only for INSTAGEL and HISAFE II showing no significant quench at the concentrations of interest in habitual measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxilic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe and tests of application to liquid scintillation measurements".

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.

The methods of preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe are described. The quenching effect, the spectral behaviour and the count rate stability are studied by liquid scintillation measurements in toluene, INSTAGEL and HISAFE II, for two different values of the sample concentration. The ferric acetylacetonate is stable for all the three scintillators but shows a strong quench, while the ferric benzoate and caprate are stable only for INSTAGEL and HISAFE II showing no significant quench at the concentrations of interest in habitual measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxilic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe and tests of application to liquid scintillation measurements".

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.

The methods of preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe are described. The quenching effect, the spectral behaviour and the count rate stability are studied by liquid scintillation measurements in toluene, INSTAGEL and HISAFE II, for two different values of the sample concentration. The ferric acetylacetonate is stable for all the three scintillators but shows a strong quench, while the ferric benzoate and caprate are stable only for INSTAGEL and HISAFE II showing no significant quench at the concentrations of interest in habitual measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxilic Acid Salts.

CIEMAT-644

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.
Instituto de Investigación Básica. Madrid.

"Preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe and tests of application to liquid scintillation measurements".

RODRIGUEZ, L.; LOS ARCOS, J.M.; GRAU, A. (1990) 35 pp. 15 figs. 5 refs.

The methods of preparation of ferric acetylacetonate, benzoate and caprate labelled with ^{55}Fe are described. The quenching effect, the spectral behaviour and the count rate stability are studied by liquid scintillation measurements in toluene, INSTAGEL and HISAFE II, for two different values of the sample concentration. The ferric acetylacetonate is stable for all the three scintillators but shows a strong quench, while the ferric benzoate and caprate are stable only for INSTAGEL and HISAFE II showing no significant quench at the concentrations of interest in habitual measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 440102. Scintillation Counting. Liquid Scintillators. Scintillation Quenching. Spectra. Stability. Labelled Compounds. Carboxilic Acid Salts.

P.V.P. 950 PTAS.

Edita: Secretaría General Técnica del CIEMAT
Ministerio de Industria y Energía.