

**J. E. N. 383**

Sp ISSN 0081 - 3397

**El mercado de moléculas orgánicas  
con tritio por intercambio catalítico  
heterogeneo**

por

**M. Angoso Marina**

**F. Kaiser Ruiz del Olmo**

**JUNTA DE ENERGIA NUCLEAR**

**MADRID, 1977**

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES

B12

LABELLING

TRITIUM

CATALYSIS

TEMPERATURE DEPENDENCE

BENZOIC ACID

GLYOXAL

OXADIAZOLES

PHENYL RADICALS

ORGANIC SULFUR COMPOUNDS

METHYLENE RADICALS

THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

PURIFICATION

ISOTOPIC EXCHANGE

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Junta de Energía Nuclear, Ciudad Universitaria, Madrid-3, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Los descriptores se han seleccionado del Thesaurus del INIS para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. Para más detalles consúltese el informe IAEA-INIS-12 (INIS: Manual de Indización) y IAEA-INIS-13 (INIS: Thesaurus) publicado por el Organismo Internacional de Energía Atómica.

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

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Abril de 1977.

## INTRODUCCION

El grupo de marcado, de moléculas orgánicas, con tritio realiza un servicio bajo demanda. En el curso de estos trabajos realizados fundamentalmente por técnicas de intercambio heterogeneo catalítico agua tritiada-compuesto orgánico, se ha obtenido una amplia gama de sustancias alifáticas y aromáticas marcadas, entre ellas esteroides (1), antibióticos y bases pirimidínicas (2).

Las actividades específicas que hemos conseguido por estas técnicas varían entre 50 mCi/m.mol y 8000mCi/m.mol. Se han observado sin embargo la necesidad de prefijar las condiciones de temperatura del intercambio, ya que aunque muchas veces puede establecerse a priori, la naturaleza y complejidad de muchas de las sustancias que solicitan los usuarios del servicio impide toda previsión.

La influencia radiolítica es notoria en muchas ocasiones y no se disponen de datos completos sobre los valores que permitan estimaciones previas.

En el curso de este trabajo se ha estudiado la influencia de la temperatura en los marcados de tres compuestos: ácido benzóico, difenil glioxal y 2,3-tetrametilen, 4-feniltieno, 7-6xo-diacetina (QM 6008) por intercambio heterogeneo catalítico compuesto orgánico-agua tritiada.

En relación con la radiólisis provocada por el agua tritiada, se ha sometido el ácido benzóico generalmente marcado con tritio a la acción del agua tritiada sin catalizador, a la temperatura ordinaria y a las temperaturas de marcado. El mismo ácido benzóico marcado se ha empleado en idénticas condiciones pero con

agua normal y a las temperaturas de marcados de 65°C y 120°C. Los resultados se han analizado por cromatografía en capa fina.

Hay publicada poca información de datos cuantitativos en relación con este tipo de intercambio para el tritio, aunque se han publicado algunos para el intercambio con D<sub>2</sub>O (3).

El ácido benzóico ha sido marcado por Evans (4).

Wilzbach (5) ha conseguido marcar compuestos orgánicos por exposición con tritio gas. Se requiere una rigurosa purificación para obtener compuestos radioquímicamente puros.

También se han preparado compuestos aromáticos marcados por exposición gaseosa utilizando técnicas mejorantes: como microondas, ondas de radio etc. (6)

El ácido benzóico se ha conseguido marcar con exposición de gas, utilizando catalizadores como carbón, Ni Raney, óxido de níquel, Pd negro, Pd-PdO, Pt negro, Pt-PtO<sub>2</sub> y PtO<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O (7).

El ácido benzóico fué marcado también por Wenzel (8) con tritio, utilizando carbono activo como catalizador.

Con TH<sub>2</sub> PO<sub>4</sub> BF<sub>3</sub> se ha conseguido marcar ciertos compuestos aromáticos (9) principalmente en posiciones "orto" y "para" cuando los sustituyentes son donadores de electrones. Si los sustituyentes son atractores de electrones se inhibe la incorporación de tritio.

## PARTE EXPERIMENTAL

### ACIDO BENZOICO

#### Curva de calibración en el ultravioleta

Sobre la base de los espectros de absorción en el U.V, para determinar la cantidad de producto, se ha construido la curva de calibración (fig.1).

#### Determinación del Rf de capa fina

El Rf se determina en capa fina de gel de sílice, utilizando como mezcla cromatográfica Tolueno/Acetato de etilo (60/40), resultando ser de 0.6.

#### Preparación de ácido benzóico tritiado

##### a) Ensayo a 65°C

Se colocaron en una ampolla 60 mg. de ácido benzóico, 60 mg. de óxido de platino ( $PtO_2$ ) y 0.35 ml. de ácido acético al 70% , y se conectó a una línea de vacío. En otro punto de la línea, se había conectado otra ampolla cerrada que contenía 10 curios de tritio. Se congela con aire líquido los reactivos de la ampolla y se hace vacío, una vez comprobada la estanqueidad de la línea, se rompe el menisco de la ampolla de tritio y a través de una bomba manual de mercurio se traspa a la zona de reacción. Esta se sigue por la disminución de la presión de tritio en un manómetro.

La ampolla que contiene los productos se sumerge en aire líquido y cuando están congelados se cierra a la llama y se introduce en un termostato a 65°C durante 23 horas. Al cabo de este tiempo se saca del baño y en una cámara de guantes se situa sobre una

placa filtrante, se rompe y se filtra, lavando varias veces con etanol. El filtrado se concentra y se elimina el tritio labíl.

El producto obtenido se analiza en capa fina, estudiando a continuación la placa con un contador proporcional de ventana abierta, coincidiendo su Rf con el de un patrón de ácido benzoico colocado junto a él. Este producto tritiado impuro tiene el 84.2% de la actividad total no labíl (fig. 2 (f)). Se coloca en un matraz aforado de 250 ml. con etanol y se mide la actividad de una alicuota en un espectrómetro de centelleo líquido. Resultado de la medida de la actividad 120.5 mCi en los 250 ml.

#### Purificación

Se elimina gran parte de etanol usado y el producto concentrado se aplica en una placa fina preparativa de gel de sílice, se eluye en tolueno/acetato de etilo (60/40).

Una vez revelada la placa, se raspa la zona donde ha quedado el producto y se eluye con cloroformo obteniéndose un producto puro como se puede comprobar por cromatografía en capa fina (fig.3). Se afora a 250 ml. y se mide una parte alicuota en un espectrómetro de centelleo, resultando ser la actividad de 47.1 mCi.

#### Medida de la concentración

Se realiza a través de la curva de calibración previamente hecha, de todas formas se hace un espectro U.V. para comprobar la validez del producto obtenido y su pureza.

En los 250 ml. tenemos 26.87 mg. de ácido benzoico tritiado lo que supone un rendimiento del 44.8%.

#### Actividad específica

La actividad específica por mg. de producto resulta ser

$$\text{de } \frac{47.1 \text{ mCi}}{26.87 \text{ mg.}} = 1.75 \text{ mCi/mg.}$$

#### b) Ensayo a 120°C

Se opera de igual manera que el caso anterior, utilizando las mismas cantidades de reactivo y de tritio y cambiando únicamente la temperatura del termostato de aceite, que se fijó en 120°C. Una vez eliminado el tritio labíl y comprobado el producto analíticamente, se volvió que tenía el 80.43% de la actividad no labíl (fig. 4 (1)). Se afora con etanol a 250 ml. y la medida de la actividad resulta ser de 400 mCi.

#### Purificación

Se hace igual que en el caso anterior. El producto puro se comprueba por cromatografía en capa fina (fig. 5) y tiene una actividad total de 108.75 mCi.

#### Medida de la concentración

Se realiza a través del espectro U.V. que sirve al mismo tiempo para comprobar la pureza del producto. Obtenemos en los 250 ml. 10.62 mg. de ácido benzóico, lo cual supone un rendimiento del 17.71%.

#### Actividad específica

La actividad específica por mg. de producto es:

$$\frac{108.75 \text{ mCi}}{10.62 \text{ mg.}} = 10.2 \text{ m Ci/mg.}$$



## DIFENIL GLIOXAL

El esquema de trabajo ha sido el mismo que para el ácido benzóico.

### Pruebas analíticas previas

La curva de calibración en el U.V. se observa en (fig.6).

El Rf se determina utilizando como mezcla cromatográfica Tolueno al 100%, el Rf obtenido es 0.70.

### Preparación del Difenil glioxal tritiado

#### a) Ensayo a 65°C

El producto obtenido impuro tiene el 84.9% de la actividad total no labil.

Se purifica en capa fina de gel de sílice, estudiando la placa en un contador proporcional de ventana abierta (fig.7). Se afora a 250 ml. y la actividad total del producto puro resulta ser de 54 m Ci.

Se mide la concentración a partir de la curva de calibrado en el U.V. obteniéndose 46.25 mg. de Difenil glioxal tritiado, esto supone un rendimiento del 77.1%.

La actividad específica que obtenemos es de 1.17 m Ci/mg.

#### b) Ensayo a 120°C

El producto que se obtiene sin purificar tiene el 75.64% de la actividad total no labil.

El producto una vez purificado se comprueba analíticamente (fig.8). La actividad total del producto es de 475.0 m Ci.

La concentración que se obtiene a partir del U.V. es de 27.18 mg. de Difenil glioxal puro marcado, esto significa un rendimiento del 45.31%.

La actividad específica del producto es de 17.47 m Ci/mg.

2,3-TETRAMETILEN, 4-FENIL, 7-oxo-DIACETINA (QM 6008)

Igual esquema de trabajo que para el ácido benzóico.

Pruebas analíticas previas

La curva de calibración en el U.V. se observa en (fig.9).

El Rf se determina utilizando como mezcla cromatográfica Benceno/Acetona (80/20), el Rf obtenido es de 0.62.

Preparación del QM 6008 tritiado

a) Ensayo a 65°C.

El producto obtenido sin purificar tiene el 64.5% de la actividad total no labil.

Se purifica en capa fina, obteniendo el producto puro (fig.10) 92.1 m Ci de actividad total en los 250 ml.

Medimos la concentración a partir de la curva de calibración en el U.V. y obtenemos 33.1 mg. del producto puro marcado, esto supone el 55.12%:

La actividad específica es de 2.78 m Ci/mg.

b) Ensayo a 120°C.

Por efecto de la temperatura el producto se destruye como se puede observar (fig.11), se aprecia que no existe nada de producto marcado.

### ESTABILIDAD TERMICA Y RADIOLISIS

Sendos lotes de 3 m Ci de ácido benzóico de una actividad específica de 10.2 m Ci /mg, se diluyeron hasta 60 mg. y se trataron con las mismas cantidades de agua tritiada, de idéntica actividad específica, y ácido acético, que los utilizados en la preparación de los compuestos marcados, pero sin emplear catalizador. Cada uno de los lotes se mantuvo el mismo tiempo de marcado a 25°C, 65°C y 120°C.

Los resultados se pueden observar con las figuras nºs 2 y 4 donde se comparan con los obtenidos con el ácido benzóico impuro sin tritio labil.

Otros dos lotes idénticos, de ácido benzóico activo, con la única diferencia de utilizar agua normal, se sometieron sin catalizador a 65°C y 120°C, respectivamente, durante el mismo tiempo de marcado. Los resultados fueron similares a los anteriores pero la impureza en el origen era menor.

## DISCUSION DE RESULTADOS

A la vista de los resultados obtenidos, puede decirse, que tanto la actividad específica como la total conseguible, aumenta en general con QM 6008, debido a que se destruye totalmente a 120°C. Los rendimientos que figuran se refieren a mg. de producto puro recuperado, como se ve disminuyen al aumentar la temperatura.

La elección de la temperatura, para estas condiciones de marcado, está condicionada por la actividad específica deseada.†

El hecho de que el QM 6008 se destruya en las condiciones de marcado a 120°C y no a 65°C nos autoriza a pensar, que esta destrucción se debe fundamentalmente a la inestabilidad térmica.

Las experiencias con ácido benzóico, demuestran que es bastante estable a la radiolisis del agua tritiada y que las impurezas que presenta el compuesto marcado son casi todas debidas a la inestabilidad térmica.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- FUKUSHIMA, D.K. and GALLAGHER, T.F.J. *ibid.* chem. 198 (1.952) 871
- 2.- VERLY, W.G. and HUNEBELLE; G. *BULL. SOC. chem. Belg.* 66 (1.967) 640
- 3.- GARNETT, J.L. HENDERSON, L. and SOLLICH, W.A. *Proc. Simp. tritium Phys. Biol. Sci. I.A.E.A. Vienna 2.* (1.962) 47.
- 4.- EVANS, E.A. *Tritium and its compounds* and Edition 1.974. Butterworth and Co. London. Pags. 293 y siguientes.
- 5.- KENNETH WILZBACH. *Tritium-Labeling by exposure of organic compounds to tritium gas.* *J. Am. chem. Soc.* 79, 1013 (1.957).
- 6.- N.A. GHANEM and T. WESTERMARK. *Extensions of the Techniques for the accelerated unspecific isotopic labeling of organic compounds. Radioisotopes phys. Sci. Proc. Conf. Use Copenhagen. 1.960. 3, 43-67 (pub. 1.962).*
- 7.- TERNHIKO MESHI and TADEO TAKAHAUSHI. *Tritium-labeled compounds. VI Platinum-catalyzed exposure Technique.* *Bull. Chem. Soc. Japon* 35, 1510-14 (1.962) *C.F. CA* 58, 573 e.
- 8.- MARTIN WENZEL. *Labeling of chemical with radioactive gases, especially tritium and C<sup>14</sup>O<sub>2</sub>.* *Ger.* 1099. 504. Feb. 16. 1.961 (cl 12 g).
- 9.- HAMADA, MASAYUKI; KIRITANI, REIKO. *Tritium labeling of aromatic compounds in acidic media.* *J. label. Compounds* 1.970, 6 (2), 187-96 (Eng)

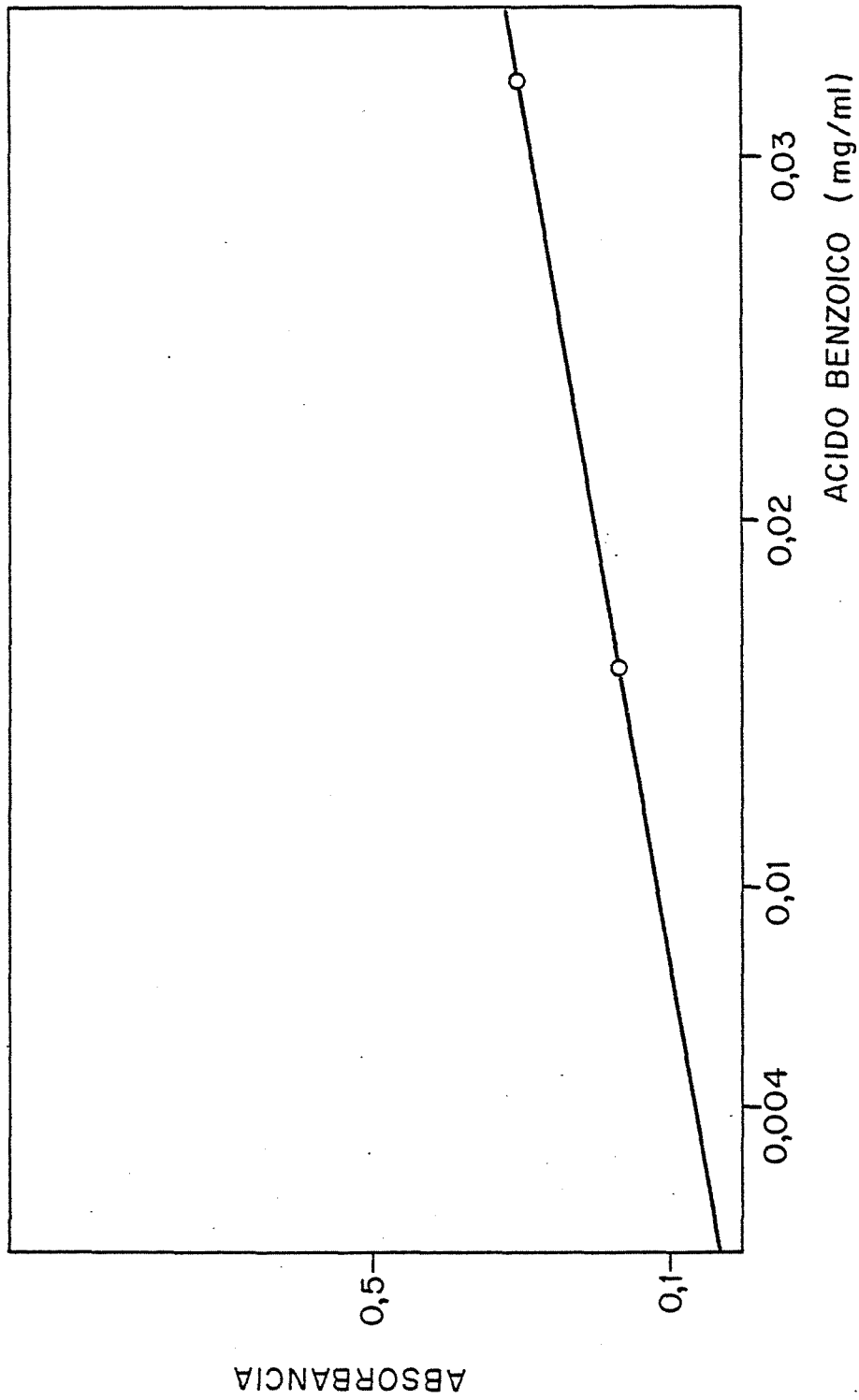


Fig. 1 CURVA DE CALIBRACION EN EL ULTRAVIOLETA

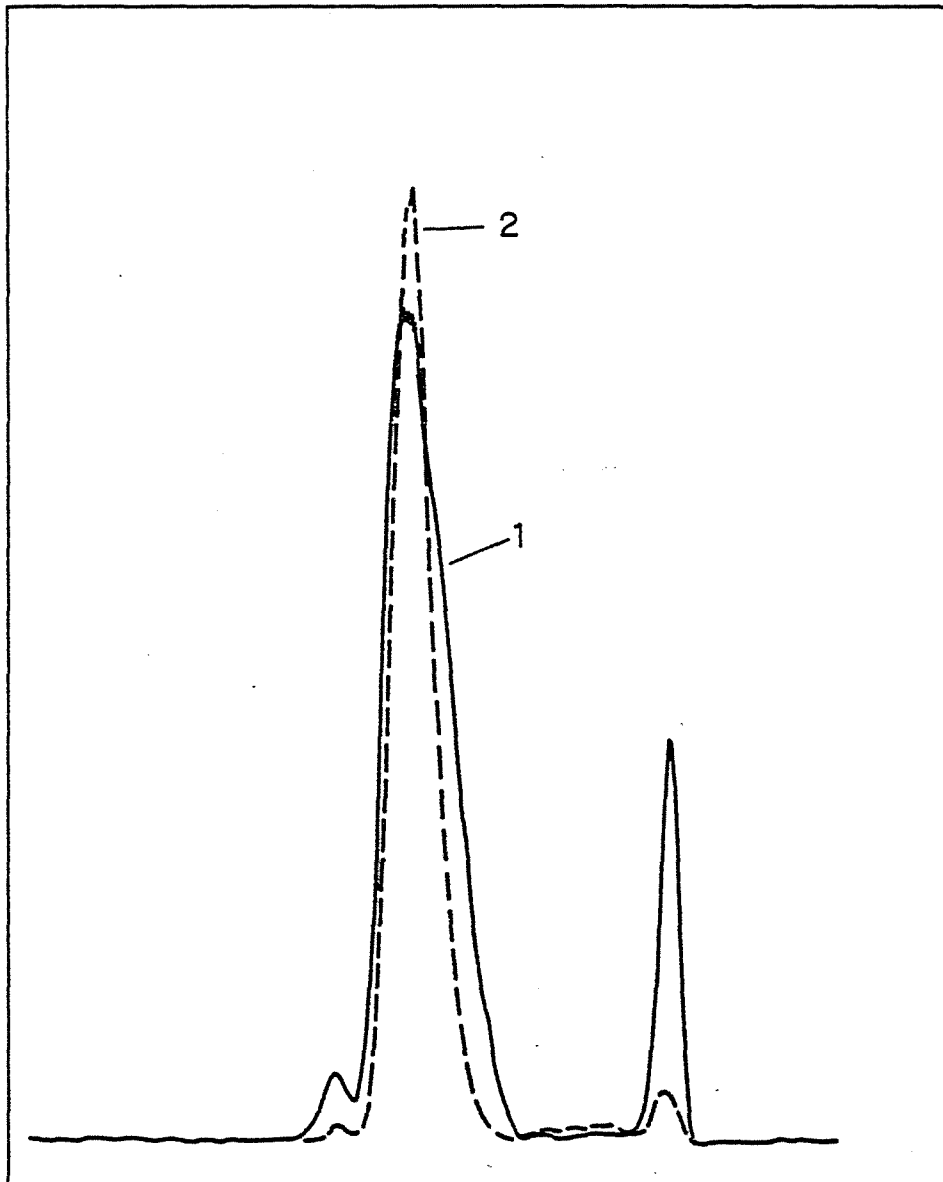


Fig. 2 ACIDO BENZOICO  
Mezcla cromatogr. : Tolueno/Acet.Etilo (60/40)  
 $\nu = 1.10^3$  c.p.s. (1)  $T^a$  :  $65^{\circ}\text{C}$   
(2)  $T^a$  :  $65^{\circ}\text{C}$ , THO sin catalizador



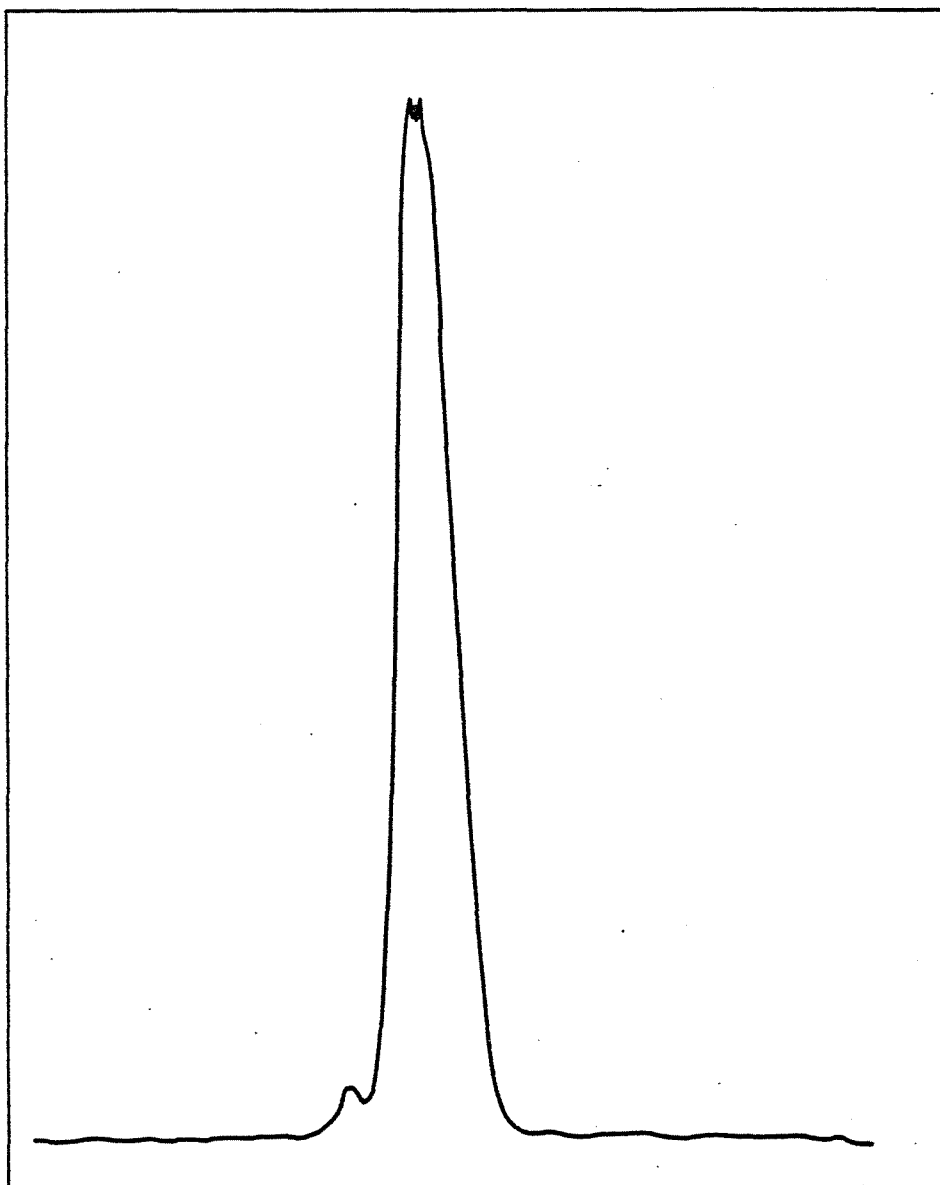


Fig. 3 ACIDO BENZOICO purificado en capa fina preparativa  
del gel de silice  
Mezcla cromatogr.: Tolueno/Acet.Etilo (60/40)  
V=  $1.10^3$  c.p.s.     $T_a$  65°C

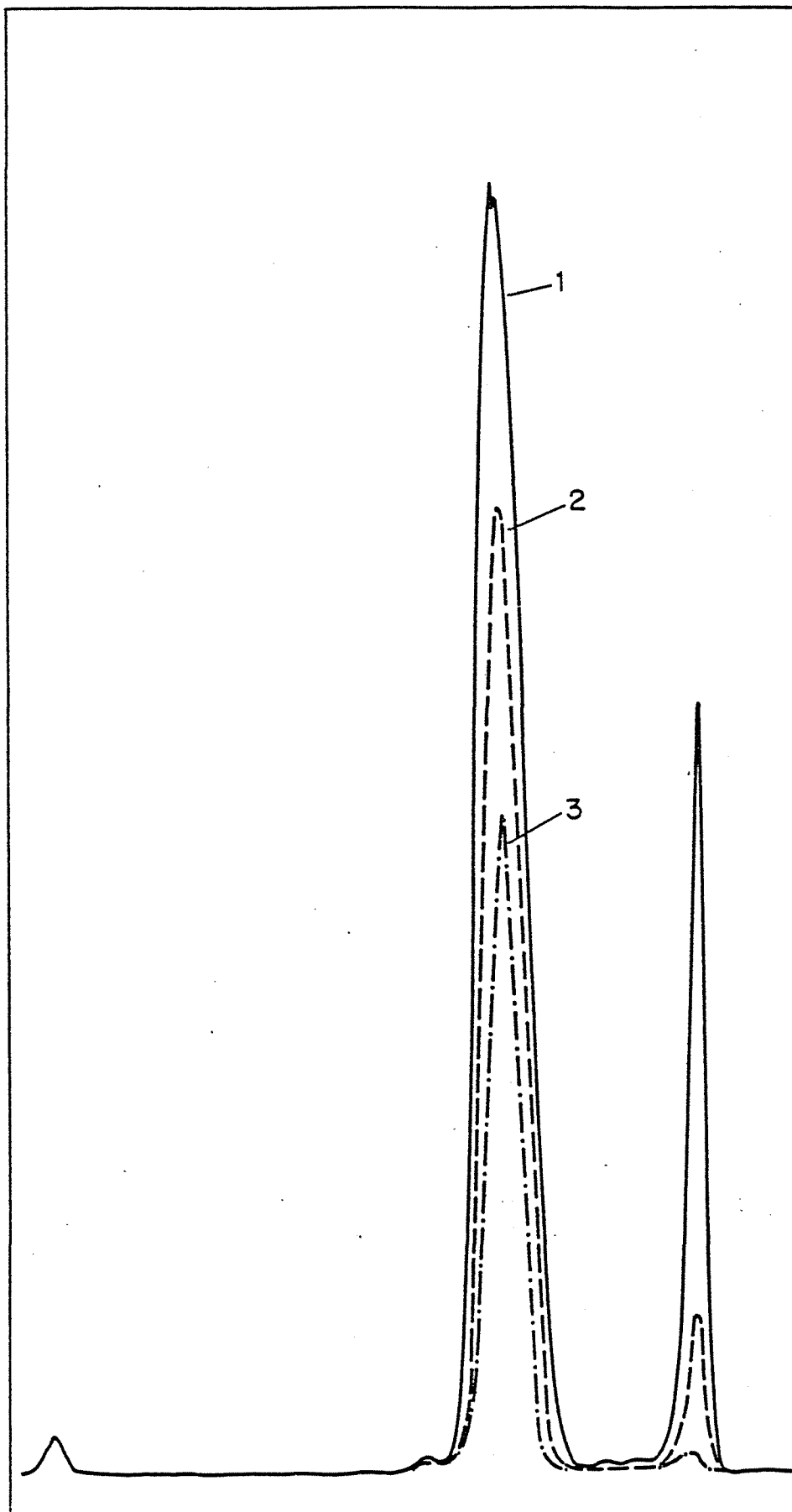


Fig. 4 ACIDO BENZOICO  
Mezcla cromatogr. : Tolueno/Acet.Etilo (60/40)  
 $\nu = 2 \cdot 10^3$  c.p.s. (1)  $T_a : 120^\circ\text{C}$   
(2)  $T_a : 25^\circ\text{C}$ , THO sin catalizador  
(3)  $T_a : 120^\circ\text{C}$ , THO sin catalizador

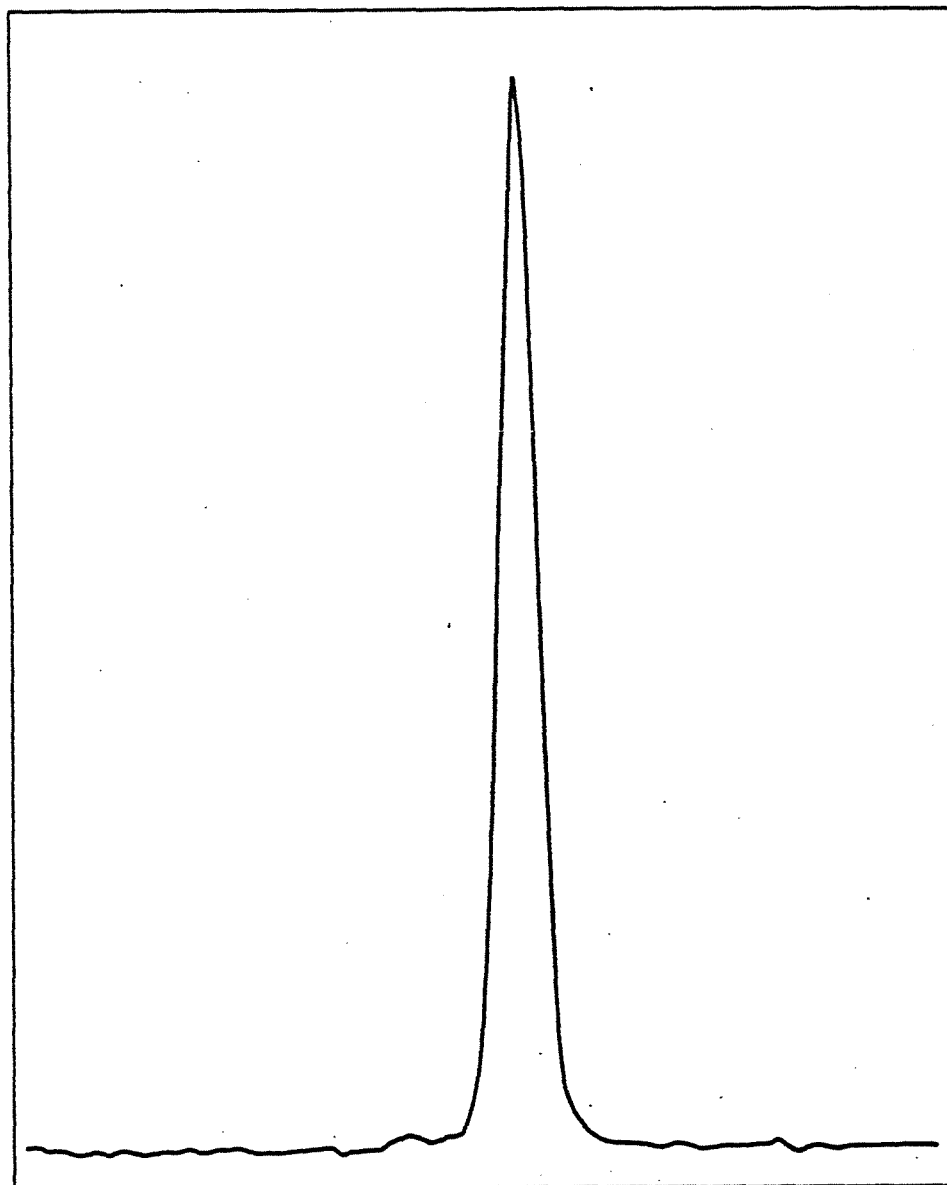


Fig. 5 ACIDO BENZOICO purificado en capa fina preparativa de gel de silice

Mezcla cromatogr.: Tolueno/Acet.Etilo(60/40)

V=  $1 \cdot 10^3$  c.p.s.       $T_a$ : 120°C

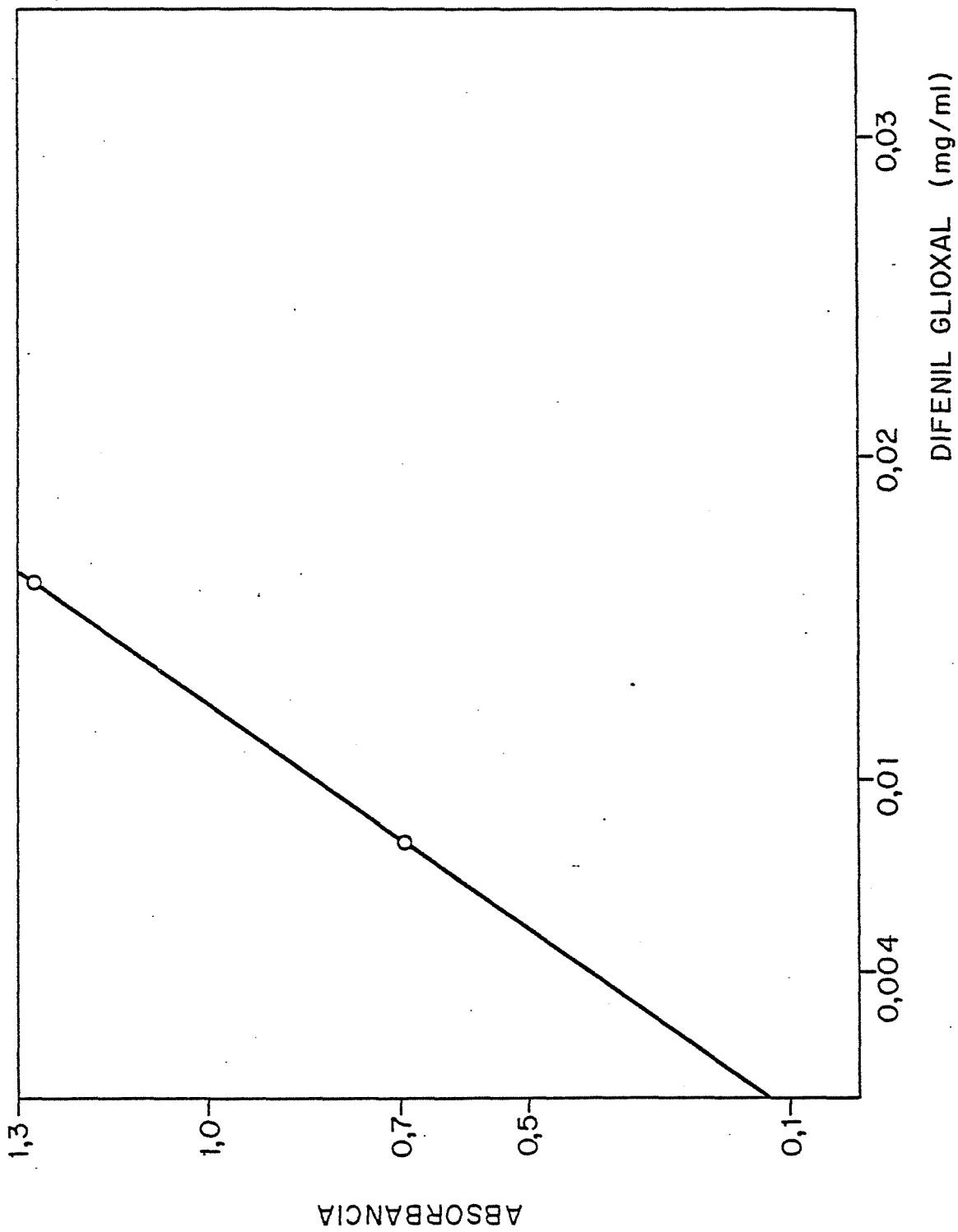


Fig. 6 CURVA DE CALIBRACION EN EL ULTRAVIOLETA

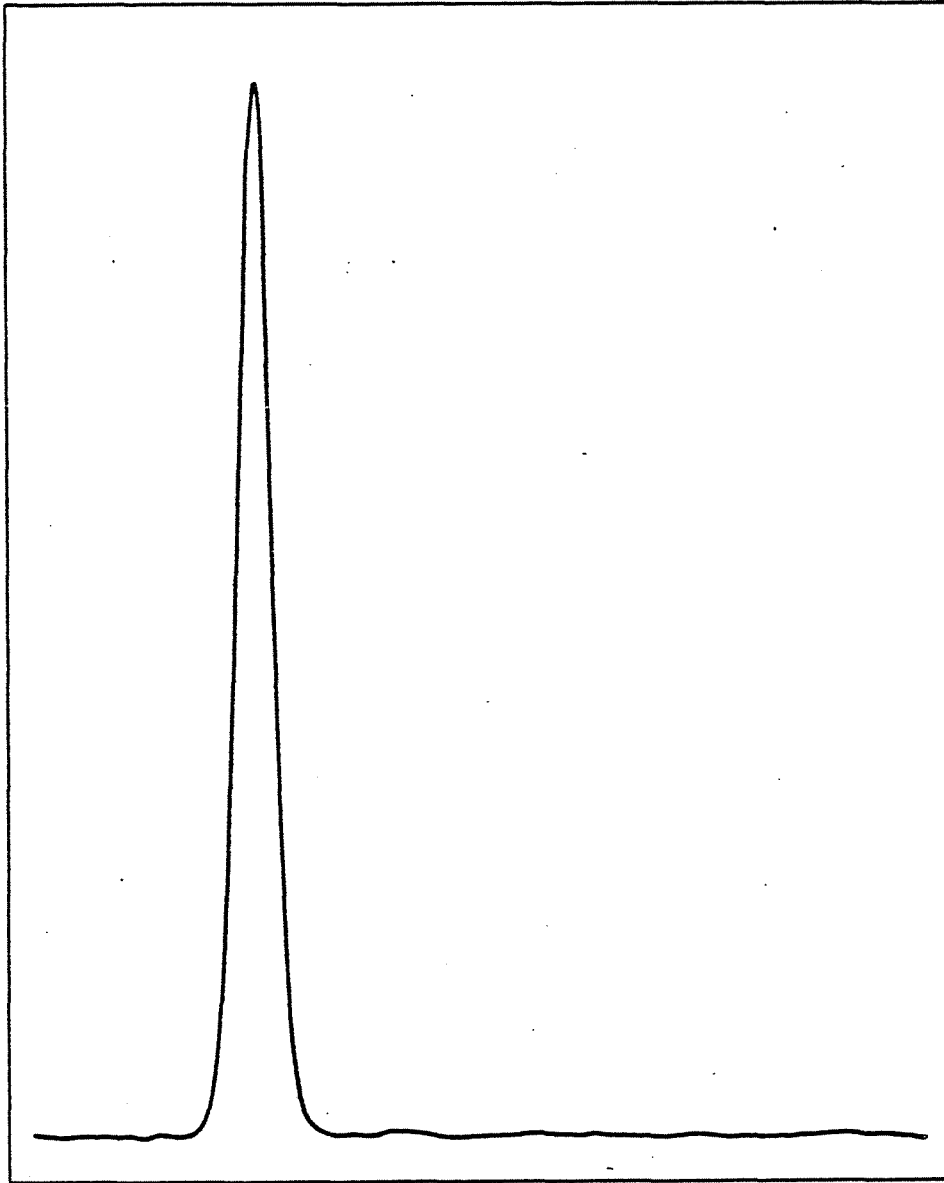


Fig. 7 DIFENIL GLIOXAL purificado en capa fina  
preparativa de gel de silice  
Mezcla cromatogr. : Tolueno 100 %  
V= 1.10<sup>3</sup> c.p.s. T<sup>a</sup>: 65°C.

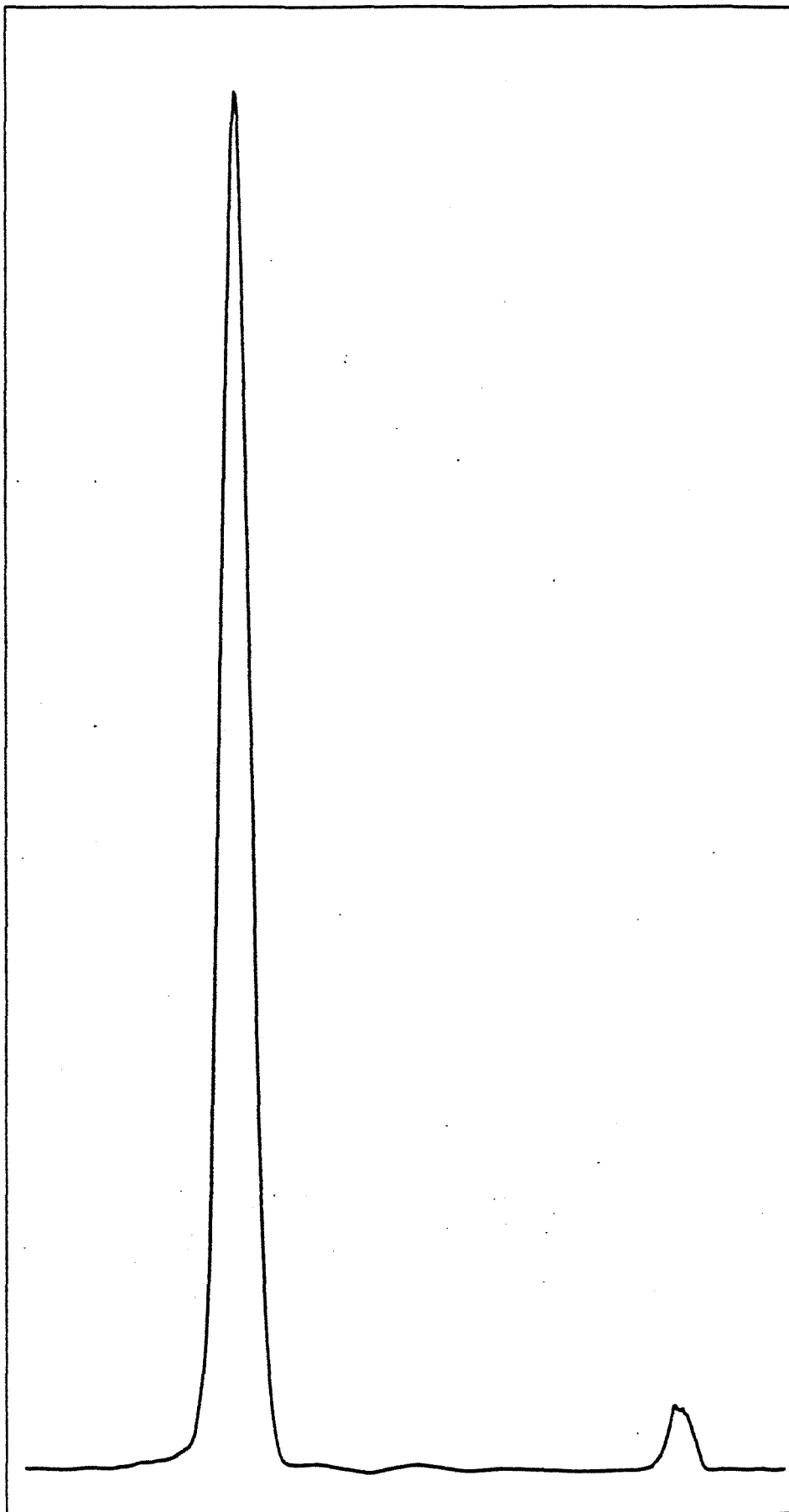


Fig. 8 DIFENIL GLIOXAL purificado en capa fina  
preparativa de gel de silice  
Mezcla cromatogr.: Tolueno 100 %  
 $V = 1.10^3$  c.p.s.  $T_a: 120^\circ\text{C}$ .

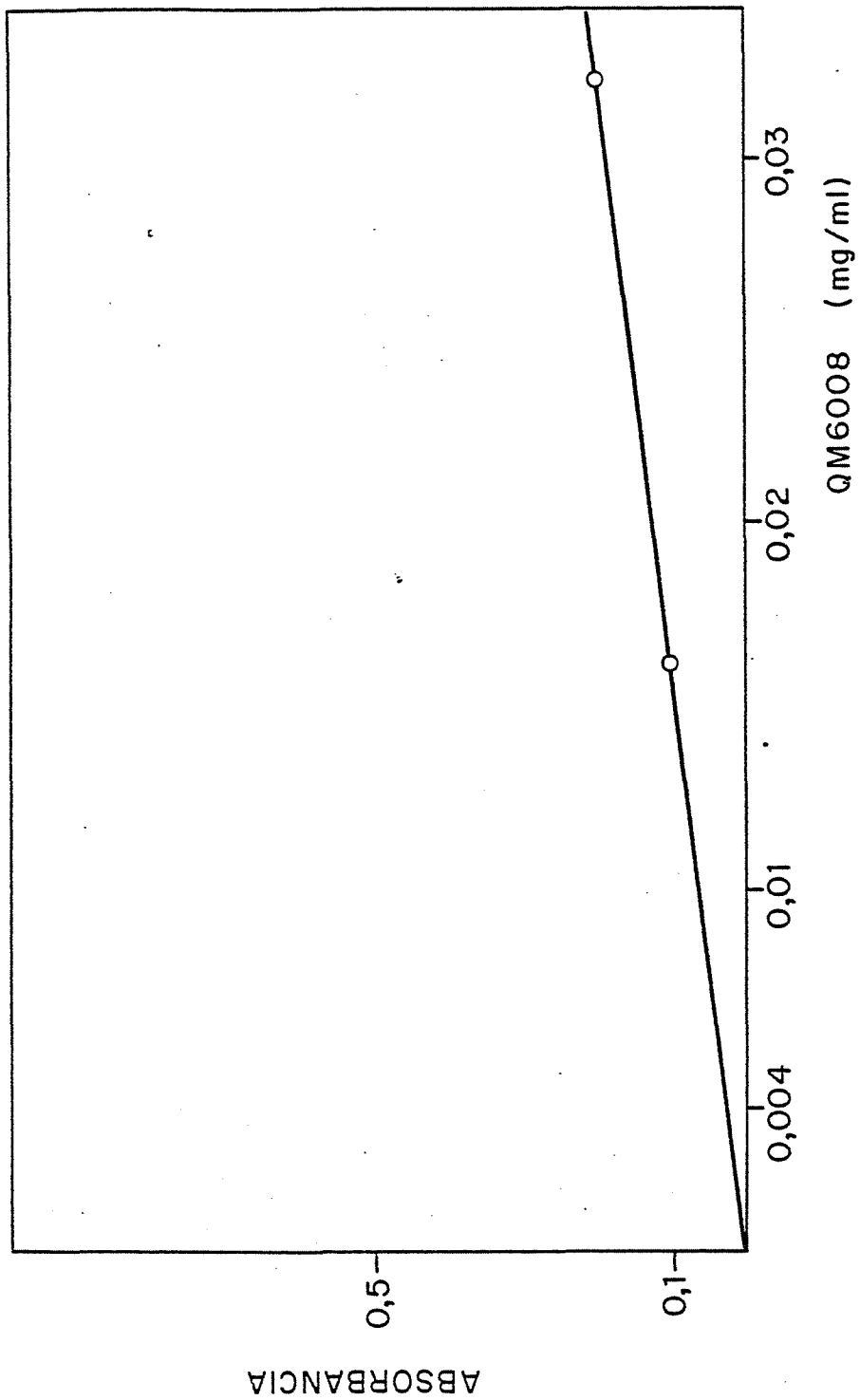


Fig. 9 CURVA DE CALIBRACION EN EL ULTRAVIOLETA

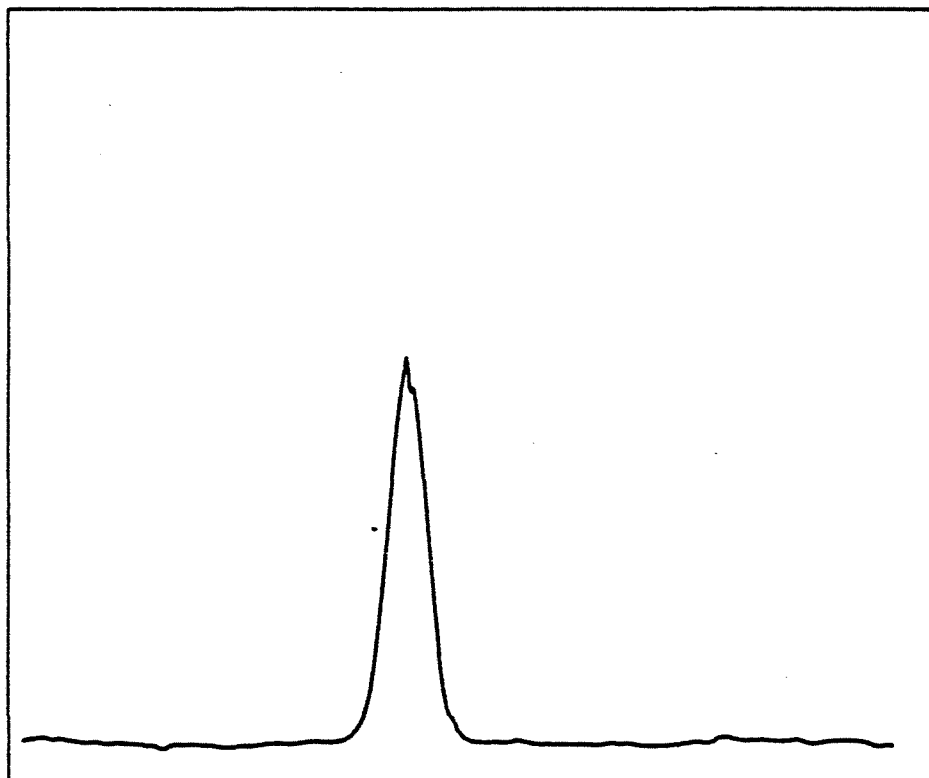


Fig. 10 QM 6008 purificado en capa fina preparativa de gel de silice  
Mezcla cromatogr.: Benceno/Acetona(80/20)  
 $V = 1.10^3$  c.p.s.  $T_a: 65^\circ\text{C}.$



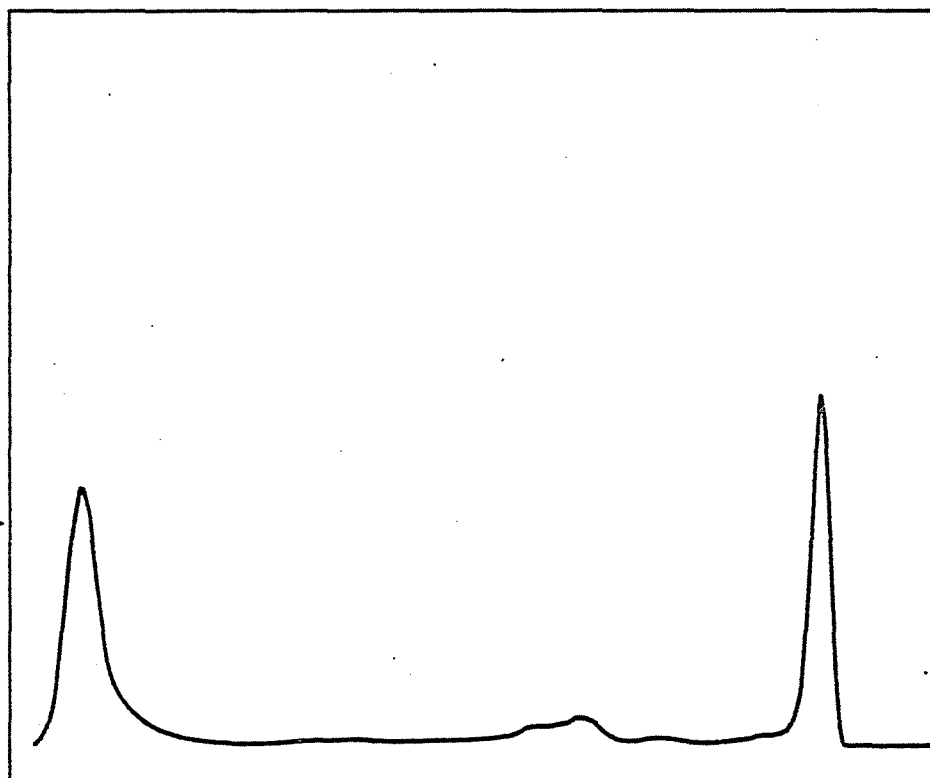


Fig. 11 QM 6008  
Mezcla cromatogr.: Benceno/Acetona (80/20)  
 $V = 2 \cdot 10^4$  c.p.s.  $T_a: 120^\circ\text{C}$ .

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"El marcado de moléculas orgánicas con tritio por intercambio catalítico heterogeneo"

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

Se ha estudiado la influencia de la temperatura a 65°C y 120°C en el marcado de tres moléculas orgánicas con tritio. Los compuestos son: ácido benzóico, difenil glioxal y 2,3-tetrametilen-4-feniltieno-7-oxodiacetina (Q M 6008). El método que empleamos es el de intercambio catalítico heterogéneo entre el agua tritiada y el compuesto orgánico. La purificación se hizo por cromatografía en capa fina y la concentración, pureza y actividad específica de los productos se determinó midiendo la actividad del tritio y la absorción del compuesto en el UV. Se han considerado también la estabilidad térmica y los efectos radiolíticos en el ácido benzóico marcado.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"El marcado de moléculas orgánicas con tritio por intercambio catalítico heterogeneo"

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

Se ha estudiado la influencia de la temperatura a 65°C y 120°C en el marcado de tres moléculas orgánicas con tritio. Los compuestos son: ácido benzóico, difenil glioxal y 2,3-tetrametilen-4-feniltieno-7-oxodiacetina (Q M 6008). El método que empleamos es el de intercambio catalítico heterogéneo entre el agua tritiada y el compuesto orgánico. La purificación se hizo por cromatografía en capa fina y la concentración, pureza y actividad específica de los productos se determinó midiendo la actividad del tritio y la absorción del compuesto en el UV. Se han considerado también la estabilidad térmica y los efectos radiolíticos en el ácido benzóico marcado.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"El marcado de moléculas orgánicas con tritio por intercambio catalítico heterogeneo"

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

Se ha estudiado la influencia de la temperatura a 65°C y 120°C en el marcado de tres moléculas orgánicas con tritio. Los compuestos son: ácido benzóico, difenil glioxal y 2,3-tetrametilen-4-feniltieno-7-oxodiacetina (Q M 6008). El método que empleamos es el de intercambio catalítico heterogéneo entre el agua tritiada y el compuesto orgánico. La purificación se hizo por cromatografía en capa fina y la concentración, pureza y actividad específica de los productos se determinó midiendo la actividad del tritio y la absorción del compuesto en el UV. Se han considerado también la estabilidad térmica y los efectos radiolíticos en el ácido benzóico marcado.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"El marcado de moléculas orgánicas con tritio por intercambio catalítico heterogeneo"

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

Se ha estudiado la influencia de la temperatura a 65°C y 120°C en el marcado de tres moléculas orgánicas con tritio. Los compuestos son: ácido benzóico, difenil glioxal y 2,3-tetrametilen-4-feniltieno-7-oxodiacetina (Q M 6008). El método que empleamos es el de intercambio catalítico heterogéneo entre el agua tritiada y el compuesto orgánico. La purificación se hizo por cromatografía en capa fina y la concentración, pureza y actividad específica de los productos se determinó midiendo la actividad del tritio y la absorción del compuesto en el UV. Se han considerado también la estabilidad térmica y los efectos radiolíticos en el ácido benzóico marcado.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"The tritium labelling of organic molecules by heterogeneous catalytic exchange".

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

The influence of the temperature at 65°C and 120°C on the labelling of three organic molecules with tritium was studied. The compounds were: benzoic acid, diphenyl glyoxal and 2,3-tetramethylene-4-phenylthien-7-oxodiacetin. The method employed was the heterogeneous catalytic exchange between tritiated water and the organic compound. The purification was made by thin-layer chromatography and the concentration, purity and specific activity of the products were determined by counting and ultraviolet techniques. The thermal stability and the radiolytic effects on labelled benzoic acid were also considered.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"The tritium labelling of organic molecules by heterogeneous catalytic exchange".

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

The influence of the temperature at 65°C and 120°C on the labelling of three organic molecules with tritium was studied. The compounds were: benzoic acid, diphenyl glyoxal and 2,3-tetramethylene-4-phenylthien-7-oxodiacetin. The method employed was the heterogeneous catalytic exchange between tritiated water and the organic compound. The purification was made by thin-layer chromatography and the concentration, purity and specific activity of the products were determined by counting and ultraviolet techniques. The thermal stability and the radiolytic effects on labelled benzoic acid were also considered.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"The tritium labelling of organic molecules by heterogeneous catalytic exchange".

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

The influence of the temperature at 65°C and 120°C on the labelling of three organic molecules with tritium was studied. The compounds were: benzoic acid, diphenyl glyoxal and 2,3-tetramethylene-4-phenylthien-7-oxodiacetin. The method employed was the heterogeneous catalytic exchange between tritiated water and the organic compound. The purification was made by thin-layer chromatography and the concentration, purity and specific activity of the products were determined by counting and ultraviolet techniques. The thermal stability and the radiolytic effects on labelled benzoic acid were also considered.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.

J. E. N. 383

Junta de Energía Nuclear. Unidad Operativa de Isótopos. Madrid.

"The tritium labelling of organic molecules by heterogeneous catalytic exchange".

ANGOSO MARINA, M.; KAISER RUIZ DEL OLMO, F. (1977) 11 pp. 11 figs. 9 refs.

The influence of the temperature at 65°C and 120°C on the labelling of three organic molecules with tritium was studied. The compounds were: benzoic acid, diphenyl glyoxal and 2,3-tetramethylene-4-phenylthien-7-oxodiacetin. The method employed was the heterogeneous catalytic exchange between tritiated water and the organic compound. The purification was made by thin-layer chromatography and the concentration, purity and specific activity of the products were determined by counting and ultraviolet techniques. The thermal stability and the radiolytic effects on labelled benzoic acid were also considered.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: B12. Labelling. Tritium. Catalysis. Temperature dependence. Benzoic acid. Glyoxal. Oxadiazoles. Phenyl radicals. Organic sulfur compounds. Methylene radicals. Thin-layer chromatography. Purification. Isotopic exchange.