

# Determinación espectrográfica de estroncio en soluciones de itrio-90

por

Roca, M. y Capdevila, C.

Trabajo publicado en Anales de la Real Sociedad Española de Física y Química Serie B-QUIMICA. Tomo LXV. Pág. 31. Núm. 1. Enero 1969.

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.

Las publicaciones señaladas con la signatura /I pertenecen a la categoría a, "Memorias Científicas Originales", las señaladas con la signatura /N pertenecen a la categoría b, "Publicaciones Provisionales o Notas Iniciales"; y los señalados con la signaturas /C, /CM, /B, /Conf pertenecen a la categoría c, "Estudios Recapitulativos" de acuerdo con la recomendación GC(VII) /RES/150 del OIEA, y la UNESCO/NS/177.

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

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Marzo de 1.969

## I N D I C E

	Págs.
INTRODUCCION	1
EQUIPOS	2
PARTE EXPERIMENTAL	2
Análisis cuantitativo	3
Análisis semicuantitativo	6
Ampliación del estudio de la influencia debida al ácido cítrico	6
BIBLIOGRAFIA	9



DETERMINACION ESPECTROGRAFICA DE ESTRONCIO EN  
SOLUCIONES DE ITRIO-90

Por

ROCA, M. y CAPDEVILA, C<sup>✉</sup>

INTRODUCCION

El itrio-90 es un radioisótopo que ha adquirido interés en los últimos años por su empleo como agente radioterapéutico (terapia intracavitaria, intersticial e intravascular). Tiene una vida media de 64 horas, emitiendo una radiación beta sencilla de 2,27 MeV de energía máxima.

Puede prepararse por dos procedimientos: por reacción  $(n, \gamma)$  a partir de itrio natural o por decaimiento del estroncio-90, del cual se separa mediante "ordeño" (1) (2). Este último es el que está en estudio en los laboratorios de la Junta de Energía Nuclear: el estroncio-90 se fija en la parte superior de una columna de resina catiónica, y el itrio-90 que se va formando se separa en forma de complejo mediante elución con una solución de ácido cítrico al 0,5 por ciento, cuyo pH se ha ajustado a 5,5 con hidróxido amónico. Con el fin de eliminar las trazas del peligroso estroncio-90 que puedan ser arrastradas con el itrio, la solución eluida se pasa por una segunda columna catiónica, saturada de estroncio natural, en la que tiene lugar un intercambio isotópico. Dado que en el producto final cabe la posibilidad de que se encuentren cantidades relativamente elevadas de este último elemento, interesa conocer la concentración del mismo con vistas a las aplicaciones en el campo médico. Consecuentemente, es necesaria la determinación de estroncio, en el intervalo 1-100  $\mu\text{g/ml}$ , en el medio cítrico indicado anteriormente.

La técnica utilizada ha sido la de descarga de chispa entre electrodos de cobre (3), que presenta la ventaja de la gran sensibilidad que proporciona empleando mínimas cantidades de muestra, hecho de suma importancia en este tipo de análisis, en que se dispone, por lo general, de volúmenes muy reducidos.

Se ha estudiado la influencia del ácido cítrico y del citrato amónico con relación a un medio CIH 2N. Este último ácido es el idóneo para el empleo de esta técnica, y su normalidad la hemos fijado como consecuencia de unas experiencias generales sobre el análisis de soluciones de radioisótopos, teniendo en cuenta la exactitud de las determinaciones. De dicho estudio se ha deducido

---

✉ División de Química.

que el ácido cítrico tiene un efecto de exaltación sobre las intensidades de línea del estroncio, que puede corregirse mediante el empleo de bario o lantano como elementos de referencia.

Dado que las concentraciones de itrio en las soluciones a analizar son muy pequeñas, no ha sido necesario considerar la influencia debida a dicho elemento.

Basándonos en este efecto exaltación, hemos estudiado, además, la posibilidad del empleo del ácido cítrico para aumentar la sensibilidad de las determinaciones de una serie de impurezas.

## EQUIPOS

Recintos blindados con plomo y manipulación mediante pinzas, para la evaporación de las muestras sobre los electrodos y su excitación, diseñados y montados para el análisis de soluciones de radioisótopos (4).

Espectrógrafo HUET UV 120, de la firma "Société Générale d'Optique" (Francia), con dos prismas de cuarzo y dispersión media ( $6,2 \text{ \AA}/\text{mm}$  a  $3.000 \text{ \AA}$ ).

Generador especialmente construido (4), que puede suministrar arco de corriente continua y chispa condensada de alta tensión regulada mediante electrodos auxiliares y chorro de aire.

Microfotómetro Hilger, tipo L. 90.

Equipo revelador JACO "Photoprocessor" con agitación constante y regulación de temperatura.

## PARTE EXPERIMENTAL

Las condiciones operatorias deducidas como más adecuadas, teniendo en cuenta la sensibilidad, precisión y exactitud de las determinaciones, son las siguientes:

- Descarga de chispa condensada de alta tensión
  - Tensión de entrada: 125 voltios.
  - Capacidad: 0,0075 microfaradios.
  - Autoinducción: 130 microhenrios.
  - Resistencia del primario: 10 ohmios.
  - Resistencia del secundario: residual.
  - Intensidad: 5 amperios (R. F.).
  - Distancia entre electrodos auxiliares: 4 mm.
  - Distancia entre electrodos analíticos: 2 mm.
  - Número de descargas por ciclo: 8.

- Electrodo: cobre electrolítico de 7 mm de diámetro y 45 mm de longitud.
- Cantidad de muestra: 50  $\mu$ l sobre cada uno de los electrodos.
- Iluminación del espectrógrafo: imagen sobre la rendija.
- Rendija: 20 micras de anchura.
- Filtro: de tres escalones de transmisiones 5, 25 y 100 por ciento.
- Tiempo de exposición: 40 segundos.
- Placas: Kodak I N.
- Revelado: revelador Kodak D-19b, a 21 °C durante 4 minutos.

#### Análisis cuantitativo

Con objeto de estudiar la influencia del medio en que se presentan las muestras respecto al de clorhídrico 2N, se han preparado dos soluciones con 5 y 50  $\mu$ g Sr/ml en este ácido, y otras dos con idénticas concentraciones del mismo elemento, en forma de cloruro, en un medio de ácido cítrico al 0,5 por ciento llevado a pH 5,5 con hidróxido amónico. El empleo de dos concentraciones de estroncio viene determinado por la necesidad de recurrir a dos líneas para cubrir todo el intervalo de concentraciones.

Excitando por quintuplicado dichas soluciones en las condiciones descritas, y utilizando las líneas de estroncio que se indican en la tabla I, se han obtenido las correspondientes intensidades de línea. En la tabla II (columna B) vienen dadas las diferencias, expresadas en tantos por ciento, para

#### T A B L A I

Líneas utilizadas

Línea	Transmisión del filtro (%)	Intervalo de concentración ( $\mu$ g/ml)
Sr 4.607,3	100	1 - 10
Sr 4.161,8	25	10 - 100
Ba 4.934,1	25	----
La 3.344,6	25	----

las soluciones en medio de ácido cítrico más amoniaco respecto a las clorhídricas. Considerando como variación máxima permisible para este tipo de análisis  $\pm 12$  por ciento, dichas diferencias muestran la imposibilidad de realizar los análisis empleando patrones en medio clorhídrico 2N.

T A B L A II

Diferencias, en tantos por ciento, de intensidades de línea respecto a soluciones en medio clorhídrico 2N.

	Soluciones conteniendo		
	A <sup>⊠</sup>	B <sup>⊠⊠</sup>	C <sup>⊠⊠⊠</sup>
Sr 4.607,3	$\pm 87,9$	$\pm 99,3$	$\pm 34,3$
Sr 4.161,8	$\pm 77,8$	$\pm 93,9$	$\pm 20,0$

⊠ Acido cítrico al 0,5 %

⊠⊠ Acido cítrico al 0,5 % llevado a pH 5,5 con hidróxido amónico.

⊠⊠⊠ Acido cítrico llevado a pH 5,5, como en el caso anterior, y además 2 N en clorhídrico.

Con el fin de deducir el origen del efecto observado, se ha ampliado el estudio a soluciones conteniendo únicamente ácido cítrico al 0,5 por ciento. De los resultados obtenidos, indicados en la tabla II (columna A), se deduce que dicho marcado efecto no es atribuible al amonio, dadas las pequeñas diferencias observadas entre las columnas A y B.

En vista de ello, para la realización de los análisis se ha considerado la posibilidad de eliminar las diferencias mediante la adición de ácido clorhídrico a las muestras hasta alcanzar una normalidad de 2. Como ello sólo se consigue parcialmente, según se observa en la columna C de la tabla II, hemos estudiado la corrección de dichas diferencias mediante el empleo de patrones internos, que actúen además como elementos compensadores. Teniendo en cuenta los potenciales de ionización, se han seleccionado, en principio, los que se indican en la tabla III. Por no dar resultados satisfactorios, se han desechado los elementos galio, indio, litio y talio. En la tabla IV se indican las diferencias de las relaciones de intensidades, en tantos



T A B L A III

Potenciales de ionización, en voltios

Elemento	Potencial de ionización
Sr.....	5,7
Ba.....	5,2
Ga.....	6,0
In.....	5,8
La.....	5,6
Li.....	5,4
Tl.....	6,1

T A B L A IV

Diferencias, en tantos por ciento, respecto a soluciones en medio clorhídrico 2 N, y precisiones

	Diferencia (%)	Desviación típica relativa (%)
Sr 4.607,3/Ba	± 10,5	± 3,0
Sr 4.161,8/Ba	± 8,3	± 11,7
Sr 4.607,3/La	± 10,3	± 5,7
Sr 4.161,8/La	± 7,2	± 8,4

por ciento, obtenidas en el medio de ácido cítrico al 0,5 por ciento llevado a pH 5,5 con hidróxido amónico, respecto al de clorhídrico 2N, empleando bario y lantano en concentraciones de 15 y 30  $\mu\text{g/ml}$ , respectivamente. Las líneas utilizadas se indican en la tabla I. Como puede observarse, ambos elementos son adecuados para las dos líneas de estroncio. En la misma tabla IV se indican los valores de las desviaciones típicas relativas correspondientes, que resultan satisfactorios.

Para la obtención de las curvas de trabajo, se ha preparado una serie de patrones en medio clorhídrico 2N, conteniendo los elementos de referencia bario y lantano, en las concentraciones indicadas anteriormente y, respecti-

vamente, 1, 5, 10, 20, 50 y 100  $\mu\text{g Sr/ml}$ . A partir de ellos se han construido las curvas correspondientes a los intervalos de concentraciones 1-10 y 10-100. Por la mejor disposición de puntos, se ha preferido el empleo del bario, representándose en la figura 1 las curvas relativas a dicho elemento.

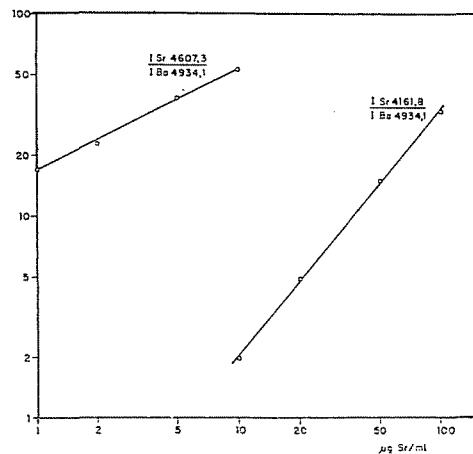


Figura 1  
Curvas de trabajo

### Análisis semicuantitativo

En la tabla V se indican los resultados de un estudio semejante al realizado en el apartado precedente, pero operando con intensidades de línea más fondo. De ella se deduce que si se desea conseguir mayor exactitud que la obtenida mediante la adición de clorhídrico a las muestras, es necesario el empleo de patrones en medio cítrico, siendo indistinta la presencia del ión amonio.

### Ampliación del estudio de la influencia debida al ácido cítrico

A la vista de los resultados indicados en la tabla II, de los que puede deducirse un incremento de la sensibilidad para el estroncio, atribuible fundamentalmente a la presencia del ácido cítrico, se ha considerado de interés estudiar el efecto producido por dicho ácido sobre las intensidades de línea de una serie de elementos habitualmente determinados como impurezas en soluciones de otros radioisótopos. Como las muestras a analizar se nos suministran corrientemente en medio clorhídrico, se ha realizado dicho estudio en presencia de este ácido.

Se han preparado una serie de soluciones en dicho medio, conteniendo todas 10  $\mu\text{g/ml}$  de Al, As, B, Ca, Co, Cr, Fe, Hg, Mg, Mn, Ni, Pb y Sn, y, respectivamente, 0, 0,25, 0,50 y 0,75 por ciento de ácido cítrico.

T A B L A V

Diferencias, en tantos por ciento, de intensidades de línea más fondo respecto a soluciones en medio clorhídrico 2 N

	Soluciones conteniendo		
	A <sup>⊠</sup>	B <sup>⊠⊠</sup>	C <sup>⊠⊠⊠</sup>
Sr 4.607,3	+ 82,1	+ 86,2	+ 37,4
Sr 4.161,8	+ 55,2	+ 52,0	+ 13,8

⊠ Acido cítrico al 0,5 %.

⊠⊠ Acido cítrico al 0,5 % llevado a pH 5,5 con hidróxido amónico.

⊠⊠⊠ Acido cítrico llevado a pH 5,5, como en el caso anterior, y además 2 N en clorhídrico.

Operando en las condiciones habituales, se han obtenido las intensidades de línea que se indican en la tabla VI. Puede observarse que sólo se produce un aumento de intensidad para boro y mercurio, mientras que quedan prácticamente inafectados los elementos As, Ca, Fe, Mn, Pb y Sn, produciéndose una disminución de intensidad para los restantes. Estudiando detalladamente los casos del boro y mercurio, se ha deducido que para este último el aumento de intensidad permite obtener, con una concentración de cítrico de 0,25 por ciento, un límite de detección de 0,3, en lugar del habitual de 1  $\mu\text{g}/\text{ml}$ . En cuanto al boro, al contener el ácido cítrico empleado (reactivo para análisis Merck) dicho elemento como impureza, se explican los valores de la tabla como suma de ambos efectos.

## T A B L A V I

Efecto de la adición de ácido cítrico sobre las intensidades de línea de diferentes impurezas

	% de ácido cítrico añadido			
	0	0,25	0,50	0,75
Al	3,8	2,6	2,5	2,5
As	0,15	0,16	0,16	0,15
B	4,6	6,7	6,5	6,7
Ca	13,0	11,9	11,7	11,6
Co	0,61	0,39	0,39	0,37
Cr	5,6	3,4	3,1	2,9
Fe	6,1	5,7	5,7	5,8
Hg	2,0	2,9	2,5	2,3
Mg	11,0	8,2	6,8	6,3
Mn	1,9	1,8	1,9	1,9
Ni	1,8	1,2	1,0	0,83
Pb	3,8	4,1	4,1	4,2
Sn	9,7	9,2	9,4	9,7

BIBLIOGRAFIA

1. DOERING, R. F., TUCKER, W. D. y STANG, L. C.; Journal of Nuclear Medicine, 4, 54-59 (1963).
2. LIESER, K. H. y BACHMANN, K.; Z. Anal. Chem., 225, 379-91 (1967)
3. BACHELDER, M. C., CONWAY, J. G., NACHTRIEB, N. H. y WILDI, A. B. S.; U. S. A. E. C., Report MDDC-511 (1946).
4. ROCA, M., CAPDEVILA, C. y DE LA CRUZ, F.; Report J. E. N. 188-DQ/I-64 (1967).



J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación espectrográfica de estroncio en soluciones de itrio-90".

ROCA, M. y CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabs. 4 refs.

Se ha utilizado la técnica de chispa en cobre para la determinación de estroncio, en el intervalo de concentraciones 1-100 g/ml, en soluciones de itrio-90 que contienen el 0,5% de citrato amónico.

Se ha estudiado la influencia debida al ácido cítrico y al citrato amónico con relación a un medio CIH 2N, comprobándose que el ácido cítrico exalta las intensidades de línea del estroncio, pudiendo corregirse dicho efecto mediante el empleo de bario o lantano como elemento de referencia.

Debido a este efecto de exaltación, se ha estudiado, además, la posibilidad del empleo del ácido cítrico para aumentar las sensibilidades de una serie de impurezas habitualmente determinadas en soluciones de radioisótopos.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación espectrográfica de estroncio en soluciones de itrio-90".

ROCA, M. y CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabs. 4 refs.

Se ha utilizado la técnica de chispa en cobre para la determinación de estroncio, en el intervalo de concentraciones 1-100 g/ml, en soluciones de itrio-90 que contienen el 0,5% de citrato amónico.

Se ha estudiado la influencia debida al ácido cítrico y al citrato amónico con relación a un medio CIH 2N, comprobándose que el ácido cítrico exalta las intensidades de línea del estroncio, pudiendo corregirse dicho efecto mediante el empleo de bario o lantano como elemento de referencia.

Debido a este efecto de exaltación, se ha estudiado, además, la posibilidad del empleo del ácido cítrico para aumentar las sensibilidades de una serie de impurezas habitualmente determinadas en soluciones de radioisótopos.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación espectrográfica de estroncio en soluciones de itrio-90".

ROCA, M. y CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabs. 4 refs.

Se ha utilizado la técnica de chispa en cobre para la determinación de estroncio, en el intervalo de concentraciones 1-100 g/ml, en soluciones de itrio-90 que contienen el 0,5% de citrato amónico.

Se ha estudiado la influencia debida al ácido cítrico y al citrato amónico con relación a un medio CIH 2N, comprobándose que el ácido cítrico exalta las intensidades de línea del estroncio, pudiendo corregirse dicho efecto mediante el empleo de bario o lantano como elemento de referencia.

Debido a este efecto de exaltación, se ha estudiado, además, la posibilidad del empleo del ácido cítrico para aumentar las sensibilidades de una serie de impurezas habitualmente determinadas en soluciones de radioisótopos.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Determinación espectrográfica de estroncio en soluciones de itrio-90".

ROCA, M. y CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabs. 4 refs.

Se ha utilizado la técnica de chispa en cobre para la determinación de estroncio, en el intervalo de concentraciones 1-100 g/ml, en soluciones de itrio-90 que contienen el 0,5% de citrato amónico.

Se ha estudiado la influencia debida al ácido cítrico y al citrato amónico con relación a un medio CIH 2N, comprobándose que el ácido cítrico exalta las intensidades de línea del estroncio, pudiendo corregirse dicho efecto mediante el empleo de bario o lantano como elemento de referencia.

Debido a este efecto de exaltación, se ha estudiado, además, la posibilidad del empleo del ácido cítrico para aumentar las sensibilidades de una serie de impurezas habitualmente determinadas en soluciones de radioisótopos.





J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic determination of strontium in yttrium-90 solutions".

ROCA, M. and CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabl. 4 refs.

The copper spark method has been used for determining strontium in the concentration range 1-100 g/ml in yttrium-90 solutions containing 0,5 % or thereabouts of ammonium citrate.

The influence of the citric acid as well as the ammonium citrate with regard to 2N HCl solutions has been studied: the citric acid enhances the line intensities of strontium. The employment of either barium or lanthanum as reference element compensates for this enhancement.

Because of the increase in sensitivity mentioned above, the study of influence of the citric acid has been extended and several impurities usually determined in radioisotope solutions have been considered.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic determination of strontium in yttrium-90 solutions".

ROCA, M. and CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabl. 4 refs.

The copper spark method has been used for determining strontium in the concentration range 1-100 g/ml in yttrium-90 solutions containing 0,5 % or thereabouts of ammonium citrate.

The influence of the citric acid as well as the ammonium citrate with regard to 2N HCl solutions has been studied: the citric acid enhances the line intensities of strontium. The employment of either barium or lanthanum as reference element compensates for this enhancement.

Because of the increase in sensitivity mentioned above, the study of influence of the citric acid has been extended and several impurities usually determined in radioisotope solutions have been considered.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic determination of strontium in yttrium-90 solutions".

ROCA, M. and CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabl. 4 refs.

The copper spark method has been used for determining strontium in the concentration range 1-100 g/ml in yttrium-90 solutions containing 0,5 % or thereabouts of ammonium citrate.

The influence of the citric acid as well as the ammonium citrate with regard to 2N HCl solutions has been studied: the citric acid enhances the line intensities of strontium. The employment of either barium or lanthanum as reference element compensates for this enhancement.

Because of the increase in sensitivity mentioned above, the study of influence of the citric acid has been extended and several impurities usually determined in radioisotope solutions have been considered.

J. E. N. 215-D. Q. /I 77

Junta de Energía Nuclear, División de Química, Madrid.

"Spectrographic determination of strontium in yttrium-90 solutions".

ROCA, M. and CAPDEVILA, C. (1969) 9 pp. 1 fig. 6 tabl. 4 refs.

The copper spark method has been used for determining strontium in the concentration range 1-100 g/ml in yttrium-90 solutions containing 0,5 % or thereabouts of ammonium citrate.

The influence of the citric acid as well as the ammonium citrate with regard to 2N HCl solutions has been studied: the citric acid enhances the line intensities of strontium. The employment of either barium or lanthanum as reference element compensates for this enhancement.

Because of the increase in sensitivity mentioned above, the study of influence of the citric acid has been extended and several impurities usually determined in radioisotope solutions have been considered.

