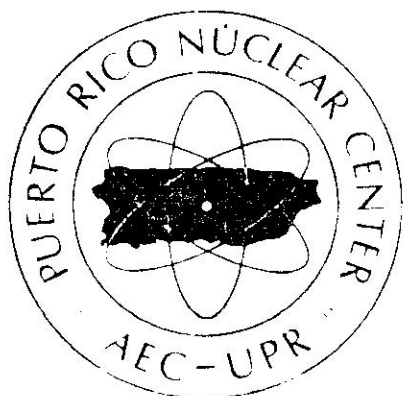


CNPR - 74A

# PUERTO RICO NUCLEAR CENTER

TECNICAS DE RADIOISOTOPOS

MANUAL DE LABORATORIO



OPERATED BY UNIVERSITY OF PUERTO RICO UNDER CONTRACT  
NO. AT (40-1)-1833 FOR U S ATOMIC ENERGY COMMISSION



TECNICAS DE RADIOISOTOPOS  
Manual de Laboratorio

TABLA DE CONTENIDO

	Página
INTRODUCCION	
TEORIA .....	1-82
CAPITULOS	
I - FUNCIONAMIENTO DE DETECTORES.....	1
II - RENDIMIENTO DE CONTAJE .....	5
III - PREPARACION DE MUESTRAS SOLIDAS DE SUBSTANCIAS RADIATIVAS .....	14
IV - IDENTIFICACION DE RADIONUCLEIDOS .....	17
V - VALORACION DE RADIATIVIDAD .....	35
VI - METODOS DE SEPARACION QUIMICA .....	43
VII - DILUCION ISOTOPICA .....	62
VIII - USO DE INTERCAMBIO DE ISOTOPOS EN ESTUDIOS CINETICOS .....	66
IX - ANALISIS POR ACTIVACION .....	71
X - DECONTAMINACION .....	74
REGLAS DE LABORATORIO	
EXPERIMENTOS	
NO. 1 - DETERMINACION DE LAS CARACTERISTICAS DE FUNCIONAMIENTO DE LOS DETECTORES GEIGER Y PROPORCIONAL	
NO. 2 - RENDIMIENTO DE CONTAJE EN EL CONTADOR GEIGER	
NO. 3 - MEDIDAS CON EL ELECTROSCOPIO LANSVERK	
NO. 4 - PREPARACION DE MUESTRAS SOLIDAS DE SUBSTANCIAS RADIATIVAS	
NO. 5 - DETERMINACION DEL PERIODO DE SEMIDESINTEGRACION DE I-131	
NO. 6 - ANALISIS FEATHER	
NO. 7 - DETERMINACION DEL ESPESOR HEMIREDUCTOR DE UN EMISOR GAMA	

## EXPERIMENTOS

- NO. 8 - MEDIDAS DE EMISION GAMA (EL ESPECTROGAMOMETRO)
- NO. 9 - VALORACION DE UNA SOLUCION DE I-131
- NO. 10- VALORACION DE UNA SOLUCION DE C-14
- NO. 11- METODOS DE SEPARACION QUIMICA
- NO. 12- DILUCION ISOTOPICA
- NO. 13-- USO DE INTERCAMBIO DE ISOTOPOS EN ESTUDIOS CINETICOS
- NO. 14- ANALISIS POR ACTIVACION
- NO. 15- DECONTAMINACION

## APENDICES

- I - ALCANCE VS. ENERGIA PARA PARTICULAS BETA
- II - ESPESOR HEMIREDUCTOR VS. ENERGIA PARA RAYOS GAMA
- III - ALGUNAS FUNCIONES EXPONENCIALES

## INTRODUCCION

Los experimentos que se incluyen en este manual de laboratorio se recomiendan para un curso introductorio sobre las técnicas del manejo de radioisótopos y sus aplicaciones como trazadores tal como el que se ofrece en la División de Ciencias Físicas del Centro Nuclear de Puerto Rico.

Los primeros experimentos familiarizan al estudiante con la preparación de muestras radiactivas y con los instrumentos de más uso en un laboratorio de radioisótopos. Les siguen un grupo de experimentos relacionados con métodos generales de identificación, valoración, separación y análisis. Finalmente se presentan algunas aplicaciones específicas a los campos de la química y la biología.

Gran parte de la teoría relacionada con los experimentos está discutida en el Manual de Conferencias del Curso Básico sobre Técnicas de Radioisótopos. Aquellos aspectos no incluidos en dicho Manual se discuten en la primera parte de este manual de laboratorio.



## CAPITULO I

### FUNCIONAMIENTO DE DETECTORES

Tanto las cámaras de ionización (electroscopios) como los detectores Geiger y Proporcional basan su detección en la recolección de iones (electrones) producidos por la interacción de la radiación con el gas. Para una información más detallada sobre estos instrumentos refiérase al Capítulo VIII del Manual de Conferencias, Volumen I.

#### Detector Geiger y Detector Proporcional

Cada instrumento tiene una región de voltaje en la cual manifiesta las características que justifican su nombre. Esta región de voltaje tanto en el caso del detector Geiger como del Proporcional se determina haciendo un estudio de la variación del conteo a distintos voltajes. Si se hace una gráfica de conteo contra voltaje aplicado se encontrará una curva similar a la que aparece en la Figura 8.10 (página 24, Capítulo VIII, Manual de Conferencias, Vol. I) en la cual puede distinguirse: el voltaje de arranque, la región de recombinación, el voltaje umbral, la meseta, y la región de descarga. En la práctica la meseta puede exhibir una leve inclinación positiva.

El voltaje de operación se escoge en el caso de tubos sellados a una tercera parte de la meseta (de izquierda a derecha). Con el uso la meseta irá acortándose moviéndose la región de descarga hacia voltajes más bajos. Por esto se prefiere operar el instrumento en la primera sección de la meseta. En los detectores de flujo se escoge el punto medio de la meseta como voltaje de operación ya que la meseta se mantiene fija. Debe determinarse la localización de la meseta cada vez que se reemplaza el tanque de gas. Se observa una meseta más corta en los detectores proporcionales que en los Geigers. Los detectores proporcionales tienen un regulador de alto voltaje más preciso que los Geigers ya que por sus características se usan para discriminar entre distintos tipos

de emisiones ( $\alpha$ ,  $\beta$ ). El tamaño del pulso depende de la energía absorbida por el gas detector. En emisor alfa alcanzará el tamaño de pulso mínimo que puede registrar el sistema contador a voltajes más bajos que un emisor beta, observándose por lo tanto dos mesetas. En la primera meseta (voltaje menor) se cuentan solamente las alfas, y en la segunda (voltaje mayor) se cuentan alfas y betas. Si se desea contar betas solamente, es necesario, usar el voltaje de operación mayor y restar la contribución de las alfas determinadas al voltaje de operación menor.

### Cámaras de Ionización

En el caso de las cámaras de ionización el voltaje de operación generalmente es menor de 300 voltios y depende del tamaño de la cámara, naturaleza y presión del gas, espacio entre los electrodos, naturaleza de los electrodos, etc.

El gas usado en el electroscopio de Lansverk es aire a presión atmosférica. El voltaje de la batería usada es tal que el instrumento funciona en el punto medio de la meseta. Es necesario calibrar el instrumento, esto es, determinar su sensibilidad observando la rapidez de descarga en presencia de una fuente radiactiva de actividad conocida.

La dosis de radiación por unidad de tiempo en cierto punto a una distancia determinada de la fuente radiactiva está representada por la siguiente relación:

$$R = \frac{GC}{d^2}$$

donde:

R = dosis por unidad de tiempo en mr/hr.

G = \*constante característica del radioisótopo y se expresa en  
mr/hr/mc a una distancia de 1 cm.

C = actividad de la fuente radiactiva expresada en milicuries

d = distancia en cm entre el punto y la fuente radiactiva.

\*Valores de G para algunos radioisótopos:



2,360 - I-131

2,700 - Zn-65

12,800 - Co-60

6,550 - Fe-55, 59

La sensibilidad del electroscopio se puede determinar usando una fuente radiactiva de actividad conocida (standard) y haciendo uso de la relación que existe entre la rapidez de descarga del instrumento y la dosis por unidad de tiempo en el punto donde se ha colocado el electroscopio,

$$k = \frac{N}{R}$$

donde:

N = rapidez de descarga del instrumento en divisiones/min.

k = sensibilidad en divisiones/min. por mr/hr.

Conociendo el valor de esta constante, puede usarse el electroscopio para valorar fuentes radiactivas de actividad desconocida basándose en una determinación de la rapidez de descarga con dicha fuente a una distancia conocida.

Es conveniente al hacer la calibración tomar varias lecturas de tiempos correspondientes a distintas posiciones del filamento en la escala según va descargándose el instrumento. Una gráfica de estos tiempos contra posición del filamento en la escala dará evidencia de la linealidad de dicha escala.

#### Detectores de Centelleo

La detección de estos instrumentos se basa en la conversión en un pulso eléctrico de la luz emitida por ciertas sustancias (centelleadores) al absorber la energía de la radiación incidente (Fig. 8.14, pág. 36, Cap. VIII, Manual de Conferencias, Vol. I).

Se utiliza un cristal de NaI con impurezas de talio para la detección de radiación gama. En particular para contar muestras líquidas hay cristales de NaI que tienen un hueco en forma cilíndrica, el cual acomoda receptáculos con la muestra permitiendo una mejor geometría. Estos detectores se conocen corrientemente como detectores de pozo. Para detectar radiación beta se utiliza un cristal de antraceno. Hay también sistemas contelleadores líquidos, útiles en la detección de emisores beta débiles como Tritio y Carbono-14. En

este caso la muestra se disuelve en el líquido centelleador lográndose una eficiencia mayor debido a un contacto más íntimo entre la muestra y el detector.

Los fotones de luz emitidos por el centelleador llegan a un tubo fotomultiplicador, el cual los absorbe con una subsiguiente emisión de un flujo de electrones el cual constituye un pulso eléctrico. El tamaño de este pulso depende de la energía inicial absorbida. El pulso pasa a través de un amplificador lineal para alcanzar el tamaño conveniente para ser registrados en un escalímetro.

El instrumento debe operarse al voltaje recomendado para el tubo fotomultiplicador.

#### Consideraciones Generales

Es necesario contar una muestra de referencia periódicamente para asegurarse del buen funcionamiento del instrumento. El obtener la desviación estadísticas esperada para los contajes de esta referencia es índice del buen funcionamiento del instrumento. Conviene usar como referencia un radioisótopo de media vida larga para poder comparar los contajes sin necesidad de corrección.

Para una discusión detallada del aspecto estadístico refiérase a los Capítulos IX y X del Manual de Conferencias, Vol. II. Evidencia experimental de este comportamiento (desintegración al azar) puede obtenerse contando una misma muestra sucesivamente un buen número de veces.

Contajes sucesivos de una muestra son convenientes únicamente cuando se sospecha que el sistema está contando erráticamente. En estos casos se aplica la prueba de Chi-Cuadrado según aparece descrita en la página 6 del Capítulo X, Manual de Conferencias, Vol. II. Se consigue mayor confiabilidad del contaje experimental dedicándole todo el tiempo disponible a un solo contaje, en vez de dividir el mismo tiempo en varias determinaciones.

## CAPITULO II

### RENDIMIENTO DE CONTAJE

#### Introducción

La actividad aparente de una muestra es la medida experimental registrada por un instrumento de recuento, expresándose generalmente en cuentas o pulsos por minuto. La actividad aparente depende naturalmente de la actividad verdadera de la muestra y la relación entre ambas resulta ser:

$C = k A$  donde  $C$  es la velocidad de recuento (actividad aparente) y  $A$  la actividad verdadera. La constante de proporcionalidad representa el rendimiento de contaje o eficiencia global del sistema de recuento y su valor es índice del efecto de una serie de factores en la medida experimental.

La actividad aparente de una muestra podría interpretarse como la actividad de la muestra sólo en aquellos casos en donde se interesa hacer medidas comparativas y, siempre y cuando que las condiciones experimentales en todas las medidas a compararse sean similares; esto es, en aquellos casos en donde la contribución de los distintos factores sea igual en todas las medidas a compararse. Si las condiciones no son idénticas será necesario corregir por aquellos factores que no tienen igual contribución antes de hacer la comparación. Además, será necesario corregir, y en este caso por todos y cada uno de los factores, cuando se interesa conocer la actividad verdadera de una muestra sin recurrir a una medida comparativa con una muestra de actividad verdadera conocida.

Consideremos cada uno de los factores que afectan la velocidad de recuento. La discusión será específica a un detector Geiger de ventana en un extremo, pero podrá aplicarse a otros tipos de detectores, quizás con algunas modificaciones que resultarán obvias.

#### A. Efecto Ambiental

El efecto de ambiente se debe principalmente a rayos cósmicos que

pueden causar ionización dentro del tubo contribuyendo al pulso. También contribuye cualquier material radiactivo que se encuentre en los alrededores del detector en el momento de tomar la medida. Corrientemente se usa una coraza protectora de plomo que ayuda a minimizar y normalizar el ambiente. El material de la coraza puede contener elementos radiactivos que también contribuyan al pulso, de modo que siempre es necesario hacer un contaje ambiental, es decir, sin muestra. En nuestro laboratorio el contaje ambiental está generalmente entre 20 y 30 cuentas/min. Al contaje de la muestra se le resta el contaje ambiental para obtener el contaje neto debido a la muestra solamente. Mientras más bajo el contaje de la muestra más importante es el factor ambiental.

Ejemplo:	100 cpm + 10 cpm	10,000 ± 100 cpm
	- <u>30</u> (ambiente)	- <u>30</u> (ambiente)
	70 cpm	9,970 cpm

Nótese que en el caso de la muestra más activa el contaje corregido por ambiente cae dentro de la desviación probable del contaje original; por lo tanto la corrección resulta superflua.

#### B. Tiempo de Resolución o Tiempo Muerto del tubo

Cuando un detector es afectado por una radiación ionizante, tarda cierto tiempo en volver a su estado original. Si durante este tiempo muerto entra otra radiación ésta no será registrada. Se puede corregir por este efecto en la siguiente forma:

Sea  $C_{exp}$  = contaje experimental expresado en cpm

$C_{correg.}$  = contaje experimental en cpm corregido por tiempo muerto

$\tau$  = tiempo de resolución o tiempo muerto expresado en minutos

$C_{exp} \times \tau$  = tiempo muerto total,

de modo que el conteaje experimental en realidad no fue registrado en un minuto sino en  $(1 - C_{\text{exp}} \tau)$  minuto.

$$\therefore C_{\text{correg.}} = \frac{C_{\text{exp}}}{1 - C_{\text{exp}} \tau}$$

El tiempo muerto es de una magnitud de microsegundos por cada evento. Así que correcciones por este factor no son necesarios a menos que el conteaje registrado sea bien alto y el valor  $(C_{\text{exp}} \tau)$  no pueda descartarse en comparación con 1 en la relación anterior.

Para corregir es necesario conocer el tiempo muerto del tubo. Este puede determinarse en la siguiente forma: Se parte un disco metálico en dos mitades, depositando con una micropipeta un pequeño e igual volumen de solución radiactiva en cada una de las dos mitades cerca de lo que fue el centro del disco.



Para asegurar una misma posición de cada mitad en la determinación experimental se cuenta una mitad, luego ambas mitades y finalmente la segunda mitad.

$$C_1 = \text{cpm de la mitad 1}$$

$$C_{1,2} = \text{cpm de ambas mitades}$$

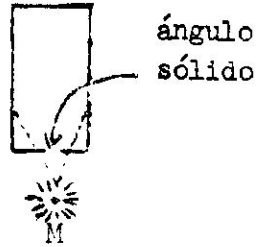
$$C_2 = \text{cpm de la mitad 2}$$

Se calcula el tiempo muerto  $\tau$  sustituyendo en la siguiente relación:

$$\tau = \frac{C_1 + C_2 - C_{1,2}}{2 C_1 C_2}$$

### C. Geometría del Sistema:

Una muestra radiactiva se desintegra al azar y emite radiaciones en todas direcciones. Solamente entran al detector aquellas radiaciones que caen dentro del ángulo sólido descrito por la muestra como un punto y los límites de la ventana.



Mientras más cerca está la muestra del detector mayor es el factor de geometría, y mayor el porcentaje de las emisiones totales que se detectan. Si se conoce el ángulo sólido formado  $\omega$  se puede corregir por este factor, la corrección sería  $\frac{4\pi I}{\omega}$  donde  $4\pi I$  corresponde a la esfera completa.

La geometría del sistema puede variar de un día para otro debido a cambios en temperatura y presión, por eso, al estudiarse una muestra día a día debe contarse siempre una muestra de referencia de media vida suficientemente larga para que la actividad de ésta no cambie durante el estudio.

Ejemplo:

<u>día</u>	<u>M</u>	<u>R</u>
1	2,240 cpm	10,330 cpm
2	5,480	10,420
3	3,140	10,800

La diferencia en conteaje de la referencia entre el segundo y el tercer día es significativa y puede haber ocurrido debido a un cambio en geometría (o a algún otro cambio instrumental). El conteaje de la muestra el tercer día puede corregirse en la siguiente forma:

$$C_{\text{correg}} = 3,140 \times \frac{10,330}{10,800} \text{ cpm}$$

D. Absorción por material externo:

Para que una radiación llegue al detector tiene que atravesar toda la materia desde la muestra hasta el detector:

- a) cubierta de la muestra

- b) columna de aire entre muestra y ventana
- c) grueso de la ventana del detector

La cantidad de absorción depende de la densidad del material y del espesor de éste. Ejemplo - Plomo - detiene más las radiaciones que aluminio porque es más denso. Para que los dos absorban lo mismo debe usarse un espesor de aluminio que guarde la misma relación con el espesor de plomo que el recíproco de las respectivas densidades y así compensar por la diferencia en densidad. Con el propósito de independizar la cantidad de absorción del material en particular se ha introducido el término "densidad-espesor". Este se define como el producto de la densidad del material X espesor, y se puede expresar en  $g/cm^2$  ó  $mg/cm^2$  de tal suerte que iguales densidad-espesores absorberán la misma cantidad de radiación de un radioisótopo dado.

Se pueden comparar muestras de un mismo radioisótopo sin tener que hacer corrección alguna, si los contajes se han hecho bajo exactamente las mismas condiciones de densidad-espesor. Si se desea comparar muestras de diferentes radioisótopos, es necesario corregir aunque las condiciones experimentales de densidad-espesor sean idénticas ya que la absorción será mayor para aquellos radioisótopos de energía máxima menor.

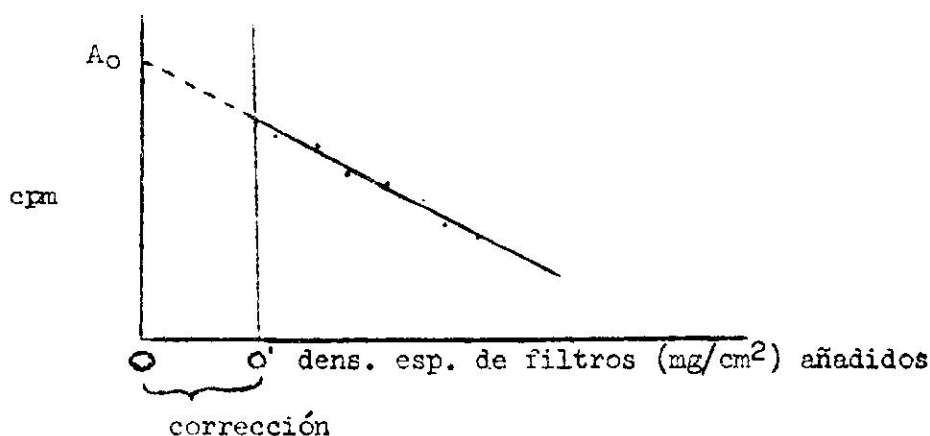
Para corregir por este factor, se hace un estudio de absorción (o transmisión) colocando absorbentes de aluminio de densidad-espesor conocida entre la muestra y el detector.

Ejemplo:

dens.-espesor de filtros ( $mg/cm^2$ )	contaje (cpm)
0 (anillo plástico)	2,555
1.878	2,122
3,395	1,978
5.060	1,800
6.518	1,652

Vemos que a medida que aumenta la densidad-espesor de los filtros disminuye el conteo. La absorción es una función exponencial, por lo tanto si llevamos a gráfica cpm vs densidad-espesor en papel semilogarítmico se obtiene una línea recta.

Para determinar el conteo con absorbente total cero, es necesario calcular la densidad-espesor correspondiente a ventana, aire y cubierta. La del aire se determina midiendo la distancia entre la muestra y la ventana, y multiplicando por la densidad de aire a condiciones ambientales. Para la cubierta de una muestra se pesa un pedazo del material de área conocida y se calcula el peso por unidad de área. Cada tubo Geiger especifica la densidad-espesor de su ventana. La suma de estas tres cantidades constituye el absorbente constante que está afectando todos los conteos. Para corregir por este factor, se extrapola al cero absoluto según ilustra el diagrama.



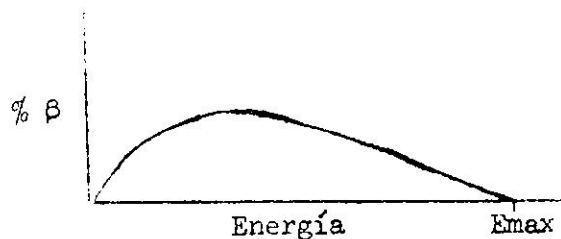
$A_0$  = Contaje con absorbente total cero, o sea el conteo sin el efecto de absorción por material externo a la muestra.

#### E. Autoabsorción

Este fenómeno se debe a absorción de la radiación por la muestra misma. Es de particular importancia en emisión beta, ya que en este caso no hay una energía característica y si un espectro continuo de energías desde cero hasta un valor máximo característico de cada emisor--y específicamente en emisión beta



de energía máxima baja en donde abundan las betas de poca energía.



Se podría explicar este fenómeno en la siguiente forma: Vamos a asumir que hay una muestra de una sola capa molecular en la cual hay cuatro átomos que se desintegran en un segundo. Si la muestra es uniforme y tiene dos capas moleculares, tendrá ocho átomos que se desintegran/seg. Pero si de la segunda capa una de las radiaciones tiene energía muy baja, ésta será absorbida por la muestra antes de salir y se registrarán 7 desintegraciones en vez de 8. Llegará un espesor tal que aun la radiación más energética no tendrá suficiente energía para salir de la muestra, por consiguiente, capas moleculares adicionales no contribuirán en nada al conteo de la muestra. Ese espesor límite en que la capa inferior ya no contribuye al conteo se conoce como espesor infinito.

Situaciones en que la autoabsorción no afecta medidas relativas son:

- a) en muestras de muy poco espesor
- b) en muestras de igual espesor
- c) en muestras que sobrepasan el espesor infinito

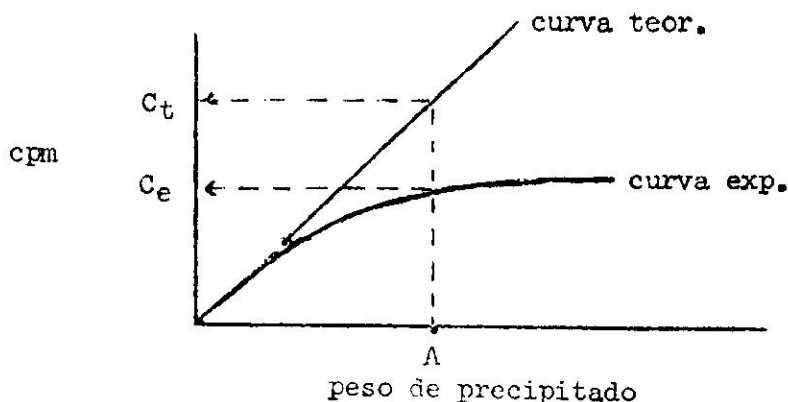
Los primeros dos casos son muy poco prácticos, así es que cuando se desea comparar muestras de un mismo radioisótopo, se preparan de tal forma que sobrepasen el espesor infinito. Este espesor infinito depende del radioisótopo en particular y no de la concentración de éste. Si en algún caso no se puede preparar muestras de espesor mayor que el espesor infinito hay que corregir.

Vamos a presentar dos casos que sirven de evidencia de que el fenómeno de autoabsorción ocurre:

1. Serie de C-14 de actividad específica constante pero actividad total variable.

Ej. precipitación de  $BaC^{14}O_3$

Se preparan muestras precipitando el carbonato marcado con  $Ba^{++}$ , en diferentes volúmenes de una misma solución: 50λ, 100λ, 200λ, etc. Se secan los precipitados y se cuentan. Se lleva a gráfica cpm vs. peso de precipitado, el peso es proporcional al espesor si se usa un filtro de área constante.



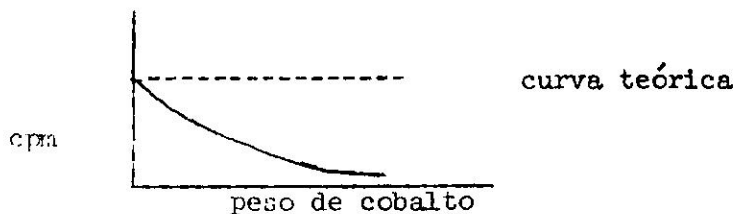
La curva teórica es la que resultaría si no hubiese autoabsorción. Se construye trazando una tangente a la curva experimental en el origen.

Para corregir el conteo de cualquier muestra de  $BaCO_3$  se deduce de la gráfica el factor de corrección, calculando la razón entre  $C_t$  y  $C_e$  correspondiente al espesor o peso de la muestra. Ejemplo: Para una muestra que pesa  $A_{mg}$  se obtiene un conteo de 1000cpm

$$C_{\text{corregido}} = 1000 \times \frac{C_t}{C_e}$$

2. Serie de Co-60 de actividad específica variable pero actividad total constante.

Esta serie podría prepararse diluyendo una cantidad fija de Co-60 con diferentes cantidades de cobalto inerte; seguida de una electrodeposición. Se secan las muestras, se pesan y se cuentan. Se lleva a gráfica cpm vs. peso de depósito de cobalto.



## F. Dispersión (o difusión)

Es efecto de la materia sobre la dirección de la emisión. Puede ser:

a) autodispersión - cuando la misma muestra es la causa de la dispersión; no es muy importante.

b) retrodispersión - cuando el cambio en dirección es causado por la base en donde está montada la muestra. Es muy importante y se manifiesta siempre por un aumento en el contaje. A mayor número atómico del material de la base mayor es el efecto. En esto existe también un concepto de espesor infinito. Si tenemos una base de espesor bien fino, las radiaciones no sufren retrodispersión porque la base no ofrece resistencia. Si el espesor es mayor algunas radiaciones rebotan y salen hacia el detector. Cuando el espesor de la base es la mitad del valor del alcance máximo de la partícula beta, aunque ésta rebote no tendrá suficiente energía para salir de la base, a este espesor es que se le llama espesor infinito. Para minimizar este efecto lo más conveniente es usar bases bien finas de materiales de número atómico bajo y que se puedan usar en películas bien finas. A veces es necesario usar placas metálicas, en este caso el espesor de éstas debe sobrepasar espesor infinito.

### CAPITULO III

#### PREPARACION DE MUESTRAS SOLIDAS DE SUBSTANCIAS RADIATIVAS

##### Introducción:

La preparación de muestras sólidas puede efectuarse por una variedad de métodos, entre ellos: evaporación, precipitación y filtración, y electrodeposición. La selección del método está íntimamente relacionada con el sistema instrumental a usarse para contar la muestra. Esta selección, por lo tanto, conlleva la consideración de factores tales como la naturaleza de la radiación emitida por el nucleido, la cantidad y concentración del mismo, la magnitud del error aceptable, el número de muestras a prepararse, y la facilidad de preparación de éstas.

##### Métodos:

1. Evaporación - Este método consiste en evaporar el solvente de una solución que contiene el material radiactivo. La transferencia de la solución a una base conveniente se efectúa por medio de una micropipeta o de una pipeta. Las micropipetas pueden controlarse con una jeringuilla provista de un pequeño tubo de goma para conectarla a la micropipeta. Existen otros controles, tanto para pipetas como para micropipetas que se utilizan con este mismo propósito.

La muestra debe ocupar un área definida. Para lograr ésto puede recurrirse al uso de receptáculos con anillos concéntricos en el fondo. Otros métodos consisten en aplicar una substancia como cera o cemento a manera de barrera para impedir que el líquido se extienda, o colocando en el área de interés una substancia a la cual tienda a adherirse el material radiactivo.

La evaporación del líquido debe hacerse bajo una campana usando una lámpara infrarroja.

El espesor del residuo radiactivo debe ser uniforme. Se mejora grandemente la uniformidad, principalmente en aquellos casos donde la muestra es bien fina, usando un solvente en el cual el material radiactivo sea altamente soluble.

## 2. Precipitación y filtración:

Este método consiste en precipitar el material radiactivo y luego filtrarlo a través de un medio (generalmente papel de filtro) que sirva de base a la muestra. Este método permite bastante uniformidad en cuanto a espesor y área, y la reproducibilidad que se obtiene es a menudo necesaria en trabajos que requieren la comparación de un gran número de muestras.

El sistema de filtrar usado debe estar diseñado de tal manera que sea posible lavar el precipitado adherido a las paredes para incorporarlo al depósito en el fondo, y que se pueda remover la base sin estropear el depósito. Además debe ser resistente a los reactivos químicos más corrientes, y de fácil decontaminación. Hay que tener especial cuidado para que el depósito y el material que sirve de base no sean afectados por el calor al secar la muestra.

## 3. Electrodeposición:

Este método consiste en depositar sobre una superficie conductora (que también sirve de base para la muestra) un elemento o compuesto que contiene el material radiactivo de interés mediante el paso de una corriente eléctrica. Usando este método se pueden preparar muestras bien finas de espesor uniforme; ésto es muy importante en el caso de emisores cuya emisión no es muy penetrante. También se pueden conseguir muestras de alta actividad específica cuando la sustancia radiactiva puede depositarse en su forma elemental.

Condiciones óptimas para obtener un buen depósito del material radiactivo es necesario conseguirlas para cada caso en particular teniendo en cuenta los siguientes factores: voltaje aplicado, densidad de corriente, forma, tamaño, y velocidad del electrodo rotativo, distancia entre electrodos, agitación, temperatura y concentración de los reactivos.

Además de la deposición del material radiactivo, la preparación de la muestra conlleva preparar la base donde se va a montar la muestra y una cubierta si es necesaria.

Los materiales más comunes usados para preparar bases son aluminio, cobre, acero inoxidable, platino, celofán, poliestireno, papel de filtro, vidrio y otros. Al seleccionar el material para la base deben tenerse en cuenta factores tales como: resistencia al ataque de reactivos químicos y al calor, coeficiente de retrodifusión y costo. Estos materiales se consiguen comercialmente en forma de receptáculos o de discos finos de diferentes tamaños. Antes de depositar el material radiactivo la base o el soporte de la base debe identificarse indicando nombre del isótopo, fecha, e iniciales del investigador.

Las muestras pueden contarse cubiertas o descubiertas. Al cubrir una muestra se minimizan las posibilidades de pérdida del material radiactivo y de contaminación del salón de contaje y equipo usado pero al mismo tiempo hay una reducción en el contaje debido a que parte de la radiación es absorbida por la cubierta. En algunos casos la reducción en contaje es tan grande que es necesario contar las muestras sin cubrir. Esto ocurre principalmente con emisores alfa en general, y con emisores beta débiles como  $H^3$ ,  $C^{14}$  y  $S^{35}$ . Las cubiertas pueden prepararse de láminas finas de aluminio, poliestireno, celofán y otros.

CAPITULO IV  
IDENTIFICACION DE RADIONUCLEIDOS

Cada radionucleido se caracteriza por el tipo de emisión, la o las energías correspondientes y el período de semidesintegración. El identificar una muestra desconocida se concreta a la determinación de estos valores y compararlos con los valores tabulados en la literatura. A continuación se discuten métodos para su determinación:

I. Período de semidesintegración (Cap. V, págs. 2-5, Manual de Conf., Vol. I)

La actividad de cualquier sustancia radiactiva disminuye o decae a una razón fija característica del radioisótopo en cuestión. Esta desintegración es un proceso que ocurre al azar y está representado por la siguiente ecuación:

$$A_t = A_0 e^{-\lambda t} \quad (1)$$

donde,  $A_0$  es la actividad original de la muestra,  $A_t$  es la actividad que queda después de transcurrido un tiempo  $t$ , y  $\lambda$  es la constante de desintegración. La constante de desintegración está relacionada con el período de semidesintegración del radioisótopo en la siguiente forma:

$$\lambda = \frac{0.693}{t_{1/2}} \quad (2)$$

El período de semidesintegración ( $t_{1/2}$ ) o media vida puede definirse como el tiempo necesario para que la actividad de un radionucleido se reduzca a la mitad.

Substituyendo el valor de  $\lambda$  en la ecuación (1) tenemos que:

$$A_t = A_0 e^{-\frac{0.693t}{t_{1/2}}} \quad (3)$$

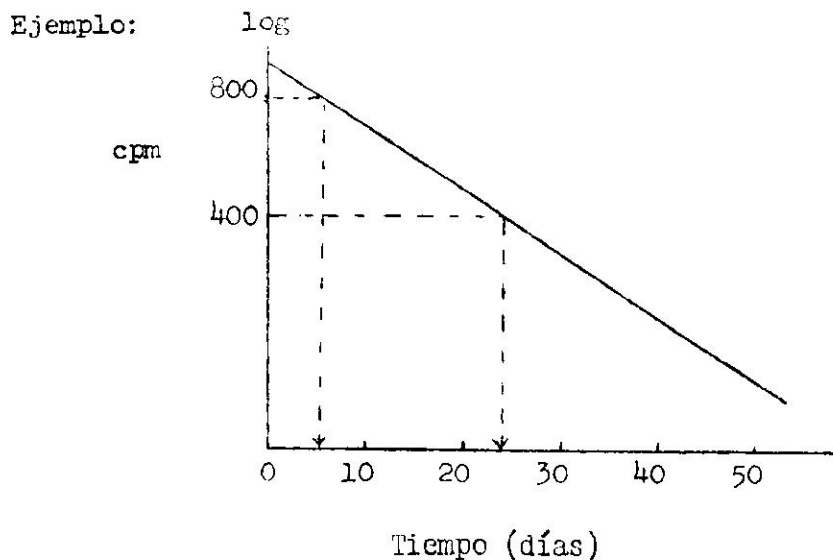
que expresada en logaritmos es:

$$\ln A_t = \ln A_0 - \frac{0.693t}{t_{1/2}} \quad (4)$$

Inspeccionando la ecuación (4) puede notarse que si se lleva a gráfica el logaritmo de la actividad contra el tiempo transcurrido debe obtenerse una línea recta, de donde fácilmente puede determinarse el período de media vida.

En la práctica se sigue el decaimiento de la muestra radiactiva, haciendo contajes a intervalos de tiempo apropiados por un período de varias medias vidas. Es necesario contar una muestra de referencia cada vez que se hace una medida del contaje de la muestra de interés, de tal manera que puedan hacerse correcciones en caso de que ocurran cambios en la geometría del sistema o cambios instrumentales. La normalización de los contajes haciendo uso de la referencia puede hacerse según está explicado en Cap. II, pág. 4. El detector a usarse dependerá del tipo de emisión prefiriéndose un detector de flujo sin ventana para emisión alfa o beta débil, y un detector de centelleo para emisión gama.

Los contajes debidamente corregidos se llevan a gráfica contra tiempo transcurrido en papel semilogarítmico. Se traza la mejor línea entre los puntos y se busca el tiempo necesario para reducir un contaje en particular (cualquiera) a la mitad.





contaje seleccionado = 800 cpm  $\sim$  5 días

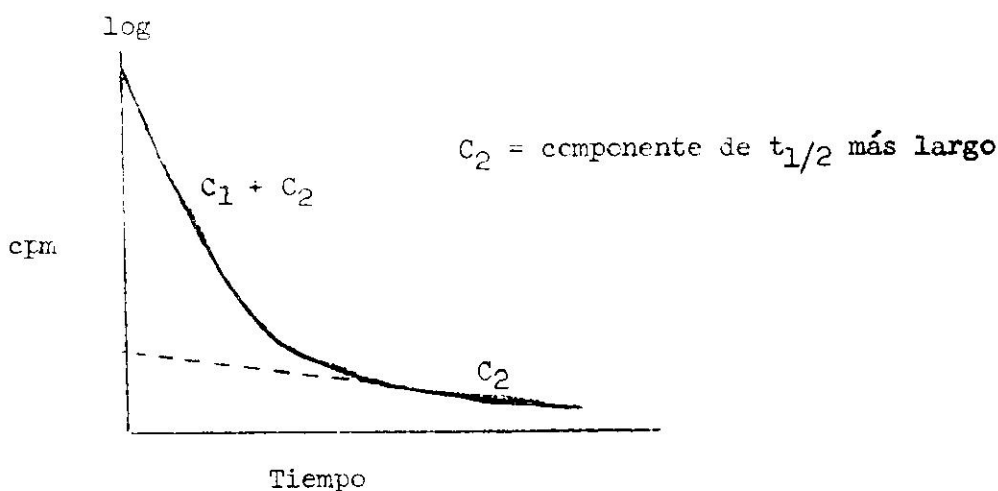
mitad de 800 cpm = 400 cpm  $\sim$  24 días

media vida ( $t_{1/2}$ ) = 24-5 = 19 días

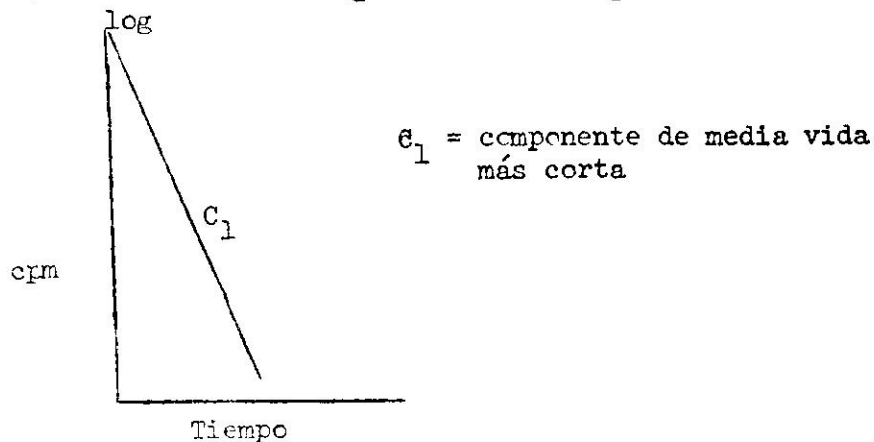
La gráfica puede mostrar una curvatura y finalmente terminar en línea recta. Esto ocurrirá cuando están presentes en la muestra emisiones con distintos períodos de semidesintegración, y será necesario resolver la gráfica en sus distintos componentes antes de hacer la determinación de media vida.

Ejemplo:

1. Gráfica original - análisis de la sección lineal (última región de la curva) dará el período de media vida más largo.



2. Gráfica eliminando la contribución del componente con período de media vida más largo - se resta la parte extrapolada de la curva original. Análisis de esta gráfica dará el período de media vida corto.



Si hay más de dos componentes este procedimiento se sigue repitiendo hasta resolver el sistema en todos sus componentes, determinándose de las gráficas resultantes un período de media vida para cada uno de dichos componentes.

## II. Determinación de la Energía de la Radiación (no se incluye emisión $\alpha$ ).

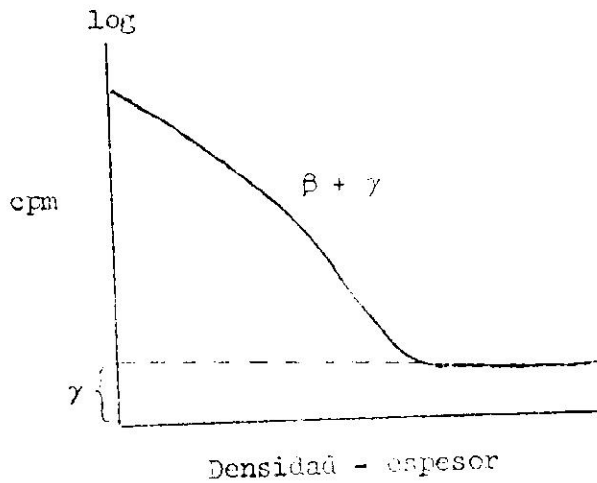
### A. Análisis Feather - determinación de la energía máxima de una emisión beta

El método de Feather está basado en la comparación del efecto de absorción por material externo en el contaje de la muestra del radioisótopo en cuestión y en el contaje de un emisor beta de energía máxima conocida que se usa como referencia. El efecto de absorción por material externo en ambos casos se estudia determinando los contajes de la muestra al interponer absorbentes de aluminio de distinto espesor entre la muestra y el detector. La información experimental obtenida llevada a gráfica representando el contaje en escala logarítmica y la densidad espesor de la absorción total por material externo (densidad-espesor del absorbente de aluminio sumada a la densidad-espesor de todo otro material externo presente entre la muestra y el detector tal como cubierta de la muestra, columna de aire y ventana del detector) en escala lineal se conoce como la curva de transmisión o de absorción. El método consiste en determinar la curva de absorción del desconocido y de la referencia en iguales condiciones instrumentales para poder hacer una comparación de ambas.

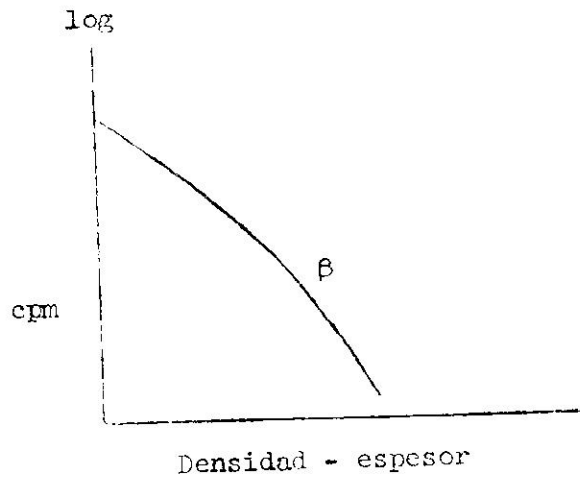
Si alguno de los estudios de absorción muestra al final una constancia en el contaje en vez de reducirse éste a prácticamente contaje ambiental, será esto evidencia de una contribución gama a los contajes y deberá eliminarse esta contribución de tal suerte que la curva de absorción represente exclusivamente el efecto en la emisión beta.

Ejemplo:

A. Estudio de absorción con contribución gama



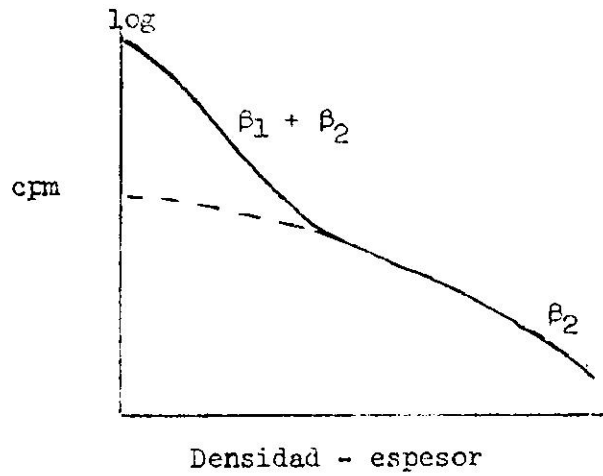
B. Estudio de absorción eliminando contribución gama - se deriva de la anterior restando la contribución gama extrapolada.



Es posible también que de tener el desconocido distintos tipos de beta con diferencias significativas entre las energías máximas correspondientes la gráfica de absorción muestra cambios significativos en su curvatura. En este caso, antes de hacer la comparación con la referencia debe descomponerse la gráfica original para obtener gráficas derivadas, cada una de ellas representando la curva de absorción característica para las betas con determinada energía máxima.

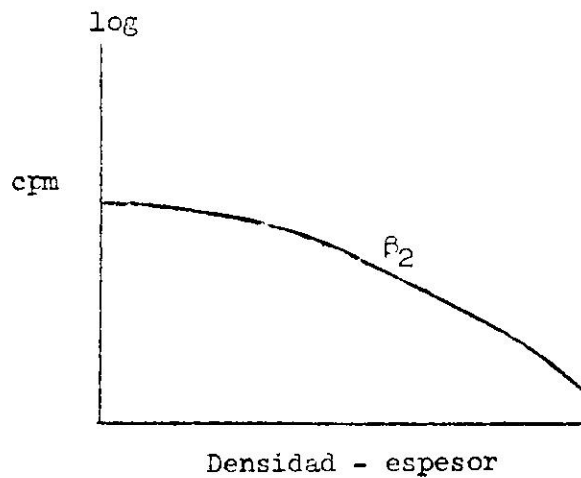
Ejemplo:

- A. Estudio de absorción con contribución de dos tipos de beta con diferencia en energía máxima significativa.

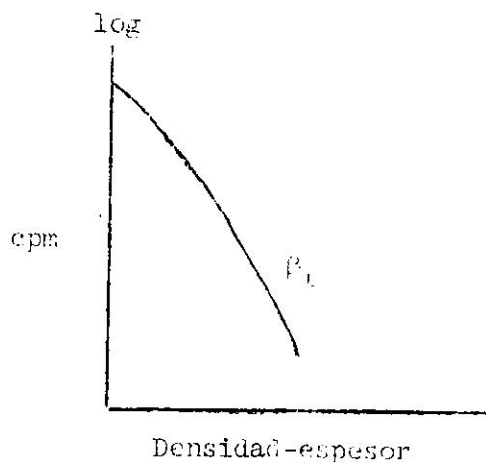


- B. Estudios de absorción para cada tipo de beta.

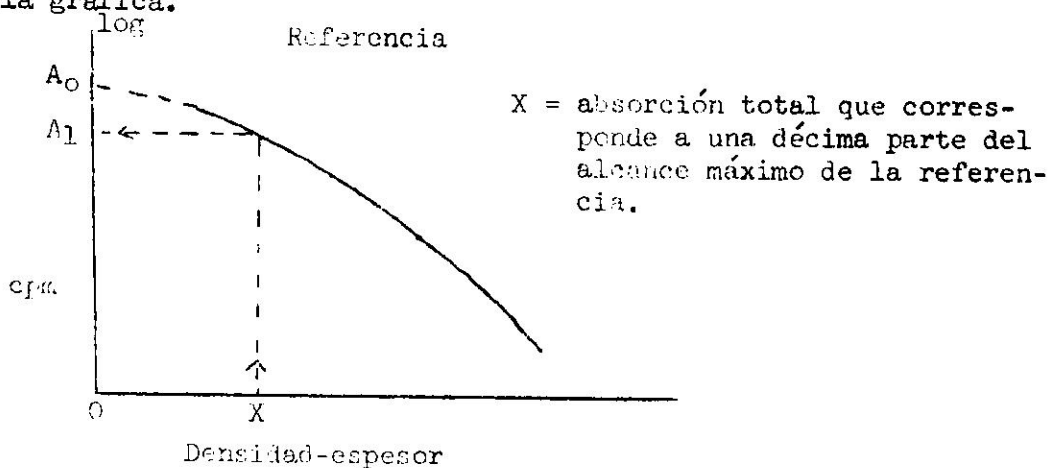
1. Estudio de absorción para betas de tipo  $\beta_2$  - parte final de gráfica original y región extrapolada correspondiente.



2. Estudio de absorción para betas de tipo  $\beta_1$  - se obtiene restando la gráfica 1 de la gráfica original



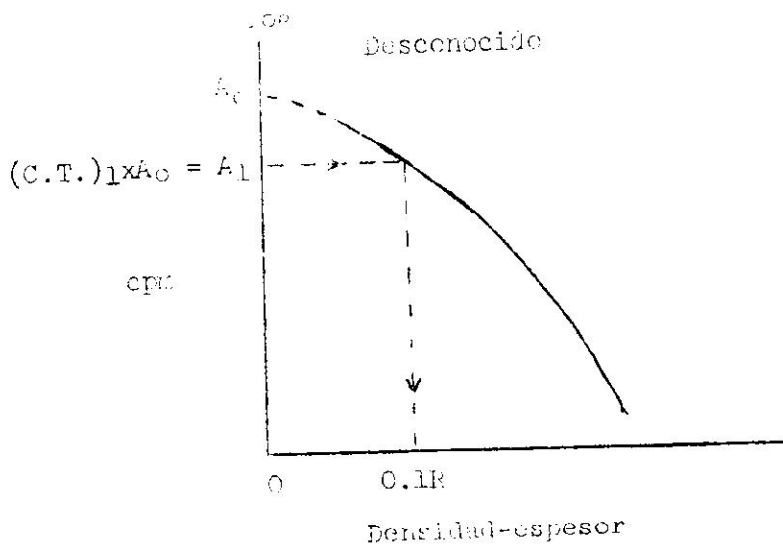
Una comparación de la curva de absorción del desconocido con la curva de absorción de la referencia servirá para determinar el alcance máximo del desconocido. Si asumimos que la distribución de betas es idéntica en ambos casos es lógico concluir que la misma fracción de betas será transmitida en ambos casos teniendo como absorbente total una misma fracción del alcance máximo correspondiente. Aplicando este razonamiento para hacer la comparación podemos evaluar un coeficiente de transmisión ( $\frac{A_1}{A_0}$ ) que corresponda a un absorbente total igual a una décima parte del alcance máximo de la referencia ya que conocemos el alcance máximo de esa referencia. El contaje con absorbente total cero ( $A_0$ ) puede determinarse por extrapolación y el contaje  $A_1$  puede leerse de la gráfica.



Este coeficiente de transmisión debe exhibirlo el desconocido a un absorbente total que corresponda a una décima parte de su alcance máximo.

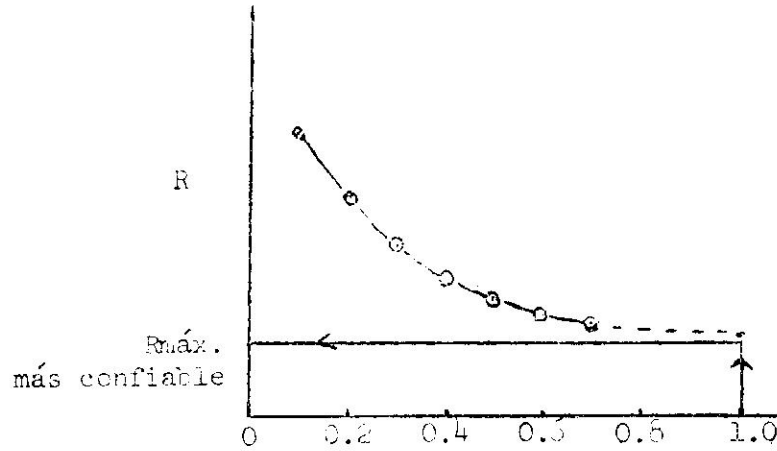
Si multiplicamos este coeficiente de transmisión,  $(C.T.)_1 = \frac{A_1}{A_0}$  según

determinado en la parte que antecede, por el contaje del desconocido con absorbente total cero ( $A_0$  para el desconocido determinado por extrapolación) nos dará un contaje para el desconocido ( $A_1$ ) que corresponderá en la curva de absorción del desconocido a cierta densidad-espesor. Esta densidad-espesor será una décima parte del alcance máximo del desconocido ( $R$ ).

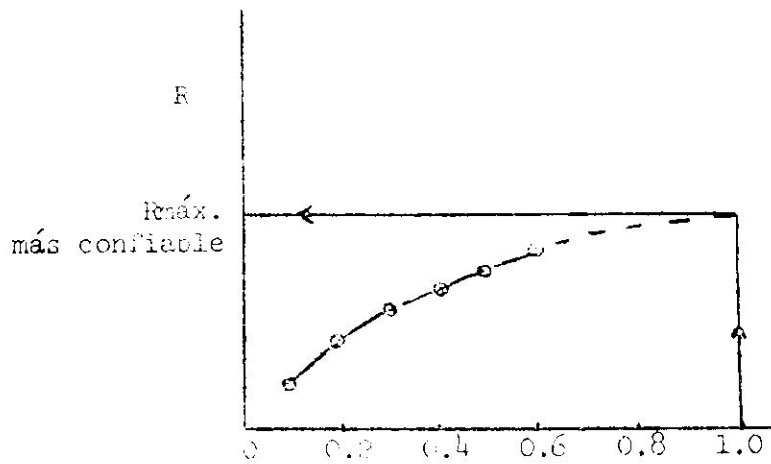


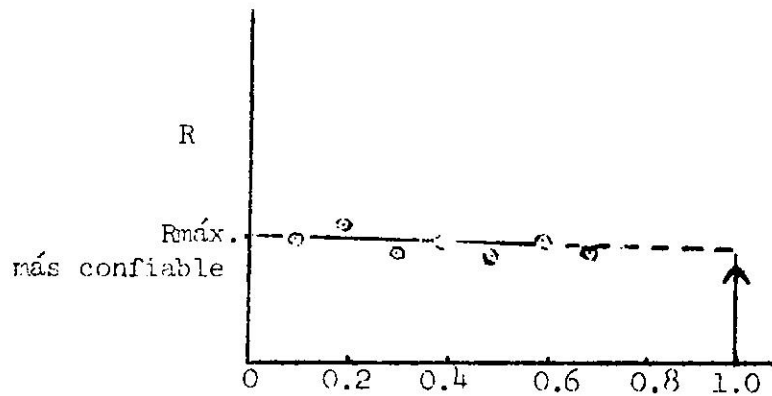
En realidad la distribución de betas no es necesariamente igual para la referencia y el desconocido, sin embargo no se introduce gran error en asumir que la distribución en ambos casos es similar en la región cerca del alcance máximo correspondiente. Esto indica que sería preferible determinar el coeficiente de transmisión para un absorbente con densidad - espesor muy cerca del alcance máximo ( $0.99R$  en vez de  $0.1R$ ). Esto no es posible porque las limitaciones experimentales no permiten medidas en esta región. El análisis Feather facilita el poder llegar a un valor más confiable que el valor obtenido a una décima del alcance máximo. Dicho análisis repite el tratamiento anterior a dos décimas, tres décimas, cuatro décimas, etc., hasta

llegar al décimo máximo permitido por las gráficas experimentales; ésto es, calcula un alcance máximo para cada una de estas fracciones, las representa en una gráfica lineal y extrapola a unidad, tomando este valor extrapolado como el valor más confiable.



Esta última gráfica es la que se conoce como la gráfica Feather y en la práctica puede tener la forma indicada o puede resultar como las siguientes:





Este último caso ilustra un desconocido que tiene la misma distribución de betas que la referencia.

Hay en la literatura varias relaciones empíricas entre el alcance máximo y la energía máxima. Si el valor de alcance máximo determinado es mayor de  $300 \text{ mg/cm}^2$  se puede substituir en la ecuación Feather-Glendenin para obtener la energía máxima.

$$R = 0.542 E_{\text{máx}} - 0.133 \text{ ó}$$

$$E_{\text{máx}} = 1.845 R_{\text{máx}} + 0.245 \text{ donde } R \text{ está expresado en } \text{g/cm}^2$$

y  $E_{\text{máx}}$  en Mev.

Si el valor de  $R_{\text{máx}}$  es menor de  $300 \text{ mg/cm}^2$  se puede leer la  $E_{\text{máx}}$  de la gráfica de Glendenin que aparece en el tablón de edictos.



B. Espesor Hemi-reductor - método aproximado para determinar energía de emisión gama (Cap. VII, pp. 30, 35-42, Vol. I, Manual de Conferencias).

El espesor hemi-reductor se define como aquel espesor de absorbente necesario para reducir la intensidad de la radiación a la mitad de su valor original, y está relacionado con el coeficiente de absorción lineal ( $\mu$ ) en la siguiente forma:

$$X_{1/2} = \frac{0.693}{\mu}$$

El espesor hemi-reductor guarda una relación con el coeficiente de absorción ( $\mu$ ), igual a la que guarda el período de semidesintegración ( $t_{1/2}$ ) con la constante de desintegración  $\lambda$ .

$$t_{1/2} = \frac{0.693}{\lambda}$$

Para determinar el espesor hemi-reductor se hace un estudio de absorción usando filtros de plomo. Si la emisión gama es monoenergética debe obtenerse una línea recta al llevar a gráfica actividad (cpm) vs espesor de filtros en papel semilogarítmico. El espesor hemi-reductor se determina gráficamente en forma similar al período de media vida, esto es, determinando el espesor que reduce un conteo en particular a la mitad.

Haciendo uso de una curva de espesor hemi-reductor vs. energía se puede determinar de una manera aproximada la energía de la emisión. Uno de los factores más importantes en la determinación de energía por este método, aún aproximadamente, es la geometría, es decir, la posición relativa de muestra, filtro y detector. La mejor geometría es aquella en que muestra, filtro y detector están bien separados entre sí. Por muchísimas razones los arreglos experimentales en la mayoría de los laboratorios no están en acuerdo con esta "buena geometría", y por lo tanto, en la práctica lo mejor es determinar la curva de calibración en el sistema instrumental disponible manteniendo

condiciones de geometría constantes. Estas condiciones deben repetirse en la determinación del desconocido.

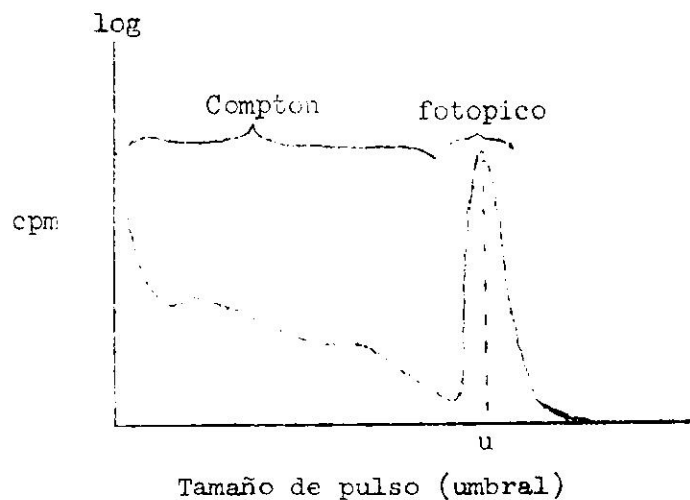
C. Espectro Gama - su interpretación permite la evaluación precisa de la energía correspondiente a emisión gama.

El método consiste en determinar el espectro gama del desconocido usando un detector de centelleo, acoplado al circuito un discriminador que permite una buena selección de pulsos de acuerdo a su tamaño. Se interpreta el espectro obtenido para identificar los valores de umbral correspondientes a las distintas energías gamas. El instrumento debe calibrarse a determinadas condiciones de voltaje y amplificación, de tal suerte que se conozca la relación entre tamaño de pulso (umbral) y energía gama para las condiciones experimentales.

#### Interpretación del espectro

1. Caso de un emisor que emite gamas de un solo tipo (una sola energía).

Teóricamente debería obtenerse un sólo tamaño de pulso correspondiente a la energía gama característica. En la práctica se obtienen pulsos de todos tamaños desde un valor que corresponde a cero umbral hasta un valor máximo que corresponde a la energía gama característica. Un espectro típico es el siguiente:



a) región del fotopico

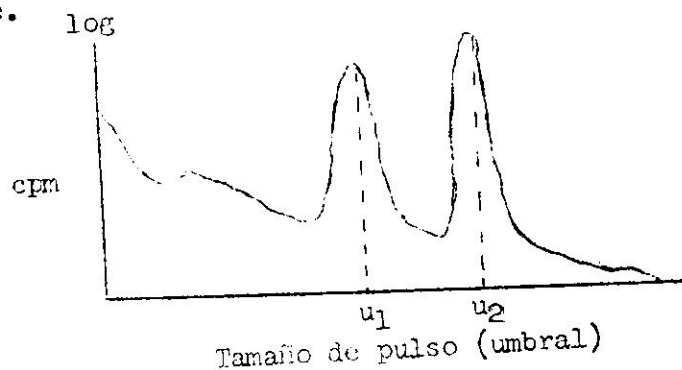
Los pulsos que contribuyen a esta región corresponden a los pulsos generados por una absorción total de la energía gama por el cristal centelleador. Se interpreta que el valor de tamaño de pulso o umbral correspondiente a la energía gama es el valor  $u$ , o sea el valor que corresponde al máximo en esta región. El obtener otros valores en la vecindad de este valor máximo se debe a pequeñas variaciones en la linealidad del amplificador y como es de esperarse abundan las desviaciones bien pequeñas en comparación con desviaciones poco más grandes, siendo igual de probables las desviaciones positivas y negativas resultando en un pico simétrico al cual se le da el nombre de fotopico.

b. región anterior al fotopico - región Compton

El obtener pulsos en la región anterior al fotopico es evidencia de que muchas gamas no transfieren toda su energía al cristal bien sea porque disipan parte de su energía antes de llegar al cristal, esto es, lo que llega al cristal es una gama secundaria de energía menor, o porque habiendo llegado al cristal la gama original, alguna gama secundaria del proceso de interacción escapa del cristal. Toda esa región se identifica como región Compton, ya que es el resultado de este tipo de interacción.

2. Caso de un emisor que emite gamas de varios tipos (distintas energías)

Este espectro mostrará un fotopico para cada una de las gamas características, cada una de ellas identificada por un valor de umbral ( $u$ ) correspondiente.



Consideraciones instrumentales

1. voltaje - debe usarse el voltaje recomendado para el tubo fotomultiplicador.
2. ganancia - esta amplificación adicional se regula mediante dos controles: el de ganancia burda y el de ganancia fina, y le da gran flexibilidad al instrumento pues permite el escoger entre un gran número de posibles amplificaciones. La ganancia mínima comprime el espectro al máximo ya que da la menor amplificación posible. Cuando se va a seleccionar la ganancia conveniente debe hacerse en forma sistemática empezando con la ganancia mínima posible, ésto es, ambos controles en la lectura mínima. La amplificación se aumenta gradualmente, aumentando la lectura de la ganancia fina hasta el valor máximo manteniendo el control de la ganancia burda en un valor mínimo. Luego se regresa el control de ganancia fina al valor mínimo pasando el control de ganancia fina al valor mínimo pasando el control de ganancia burda al segundo valor más alto, y para esta segunda posición se vuelve a pasar por todos los valores de la ganancia fina. Este proceso se repite para cada una de las posiciones de ganancia burda hasta llegar a la amplificación máxima que corresponde a ambos controles en la ganancia máxima.

Para conseguir la ganancia conveniente se fija el discriminador de pulsos a un valor de umbral relativamente alto y se utiliza el ancho de ventana recomendado por el instrumento. El valor de la ganancia debe ser el mínimo posible. Bajo estas condiciones el instrumento no debe registrar pulsos ya que estando el espectro lo más comprimido posible no se estarán produciendo pulsos que puedan alcanzar el tamaño de umbral seleccionado. Al

ir aumentando la ganancia gradualmente se llegará a la ganancia conveniente según indicado por el primer máximo que se observe en la rapidez de recuento. Estas condiciones localizarán al fotopico cerca del valor de umbral escogido anteriormente. Es conveniente señalar que esta ganancia luego de regulada no deberá variarse pues alteraría las condiciones de amplificación produciendo un desplazamiento en la localización del espectro.

3. **discriminación** - en un espectrómetro gama la discriminación se determina por medio de dos controles: umbral y ancho de ventana. La posición del control "umbral" determina el tamaño de pulso mínimo que puede pasar por el discriminador y afectar el sistema contador. En determinado instrumento el control ancho de ventana se mantiene constante a un valor recomendado por la literatura del instrumento. Por lo tanto para obtener un espectro completo será necesario hacer contajes a distintos valores de umbral, empezando en umbral cero y repitiendo determinaciones aumentando la lectura del umbral por un valor que corresponda en esa escala al ancho de ventana utilizado hasta pasar por toda la región de la escala del umbral. Este procedimiento resulta largo y tedioso en espectrómetros de un solo canal. Existen analizadores multi-canales que permiten acumular información de distintos tamaños de pulsos a través de los distintos canales simultáneamente. Por ejemplo, el analizador de 400 canales en una sola determinación da 400 contajes de 400 distintos grupos de tamaño de pulso permitiendo así el conocer el espectro rápidamente.

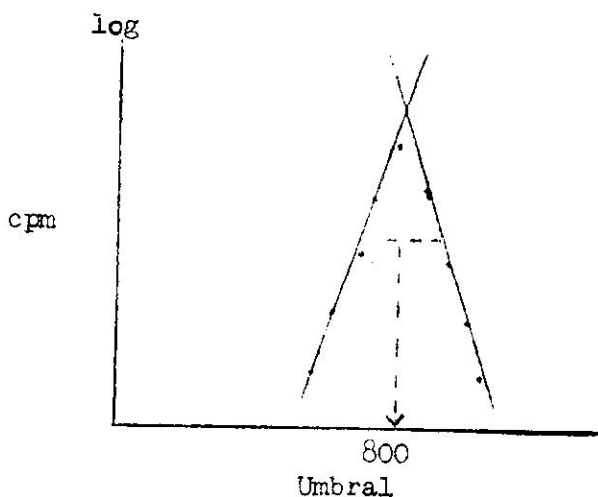
### Calibración

Esta consiste en evaluar la escala de umbral en términos de unidades de energía (Mev.). Una calibración dada está íntimamente relacionada con

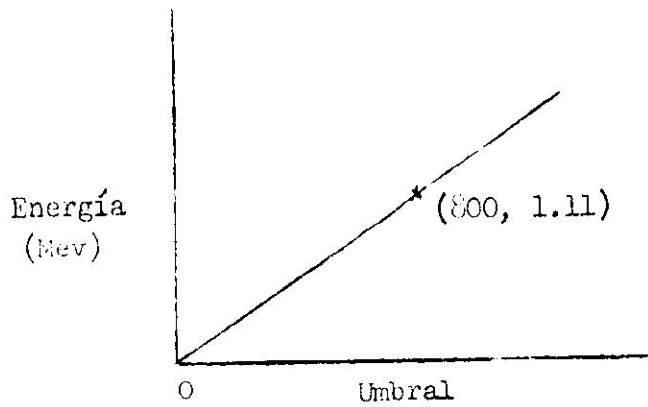
las condiciones de voltaje y ganancia, por lo tanto, estas condiciones no deben alterarse para asegurar las mismas condiciones en la determinación del espectro del desconocido que en la calibración.

1. usando una sola referencia

Se localiza el fotopico de la referencia a determinado voltaje y ganancia. Se cuenta la muestra únicamente en la región del fotopico. Se lleva la información a papel de gráfica semilogarítmico representando en la parte lineal el umbral y en la parte logarítmica el conteaje correspondiente. Los puntos experimentales deben caer aproximadamente en los lados de un triángulo isósceles ya que el fotopico es simétrico. El punto medio entre estos dos lados a aproximadamente mitad de altura del triángulo representa el umbral (ejemplo umbral 800) que corresponde a la energía de esa referencia (ejemplo 1.11 Mev).



En papel lineal se representa la relación entre umbral y energía tomando como el otro punto de referencia el origen (ésto es, cero umbral, cero energía) y la línea recta que se obtiene uniendo estos dos puntos dará la gráfica de calibración, de la cual podrá leerse la energía correspondiente a cualquier umbral.

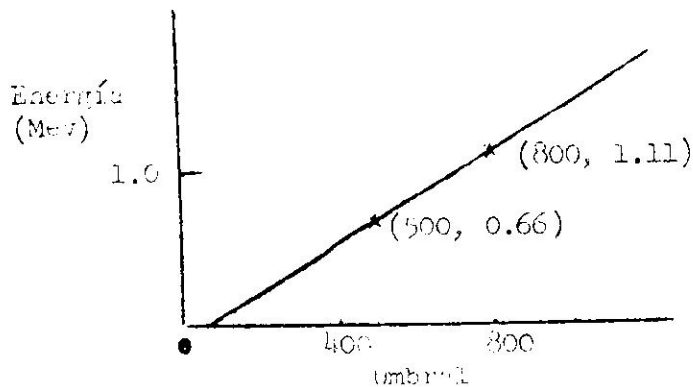


2. usando dos referencias

El umbral cero no necesariamente corresponde a exactamente cero energía y por lo tanto si se desea una calibración más precisa deberán usarse dos referencias cada una de ellas con energía gama distinta. En ambos casos para un mismo voltaje y ganancia se determina la región de fotopico y al igual que en el caso anterior se localiza el umbral característico para cada una de las dos energías gamas. Estos vendrán a ser los dos puntos para trazar en papel lineal la línea recta de calibración.

Ejemplo:

		Umbral	$E_{\gamma}$
1ra. Ref.	Zn <sup>65</sup>	800	1.11 Mev
2da. Ref.	Cs <sup>137</sup>	500	0.66 Mev



### Análisis del espectro desconocido

Es necesario hacer el espectro completo del desconocido a las mismas condiciones de voltaje y ganancia que la calibración ya que se desconoce cuantos fotopicos habrá presentes y donde estarán éstos localizados. Luego de llevar a gráfica toda la información en papel semilogarítmico al igual que en la calibración se determina el umbral que corresponde a cada uno de los fotopicos que aparecen en el espectro. Cada umbral que identifica a un fotopico corresponde a una energía gama que puede leerse de la gráfica de calibración.

Después de identificadas las energías es conveniente calcular las diferencias entre ellas. Si se obtiene una diferencia de 0.51 Mev o de 1.02 Mev debe ponerse en duda la energía más baja. Puede que esta energía no corresponda a una gama característica del radioisótopo. Se ha encontrado experimentalmente que mediante el mecanismo de producción de pares si sale del cristal el fotón de 0.51 Mev o los dos fotones se obtiene una región en el espectro muy similar a un fotopico. Naturalmente ésto ocurriría a un umbral de 0.51 Mev o 1.02 Mev menor que el verdadero fotopico.



## CAPITULO V

### VALORACION DE RADIATIVIDAD

Valorar la radiactividad de una muestra significa determinar su actividad verdadera en términos de desintegraciones por unidad de tiempo. En la mayor parte de los experimentos en donde se utilizan radioisótopos se hacen medidas de comparación y no es necesario conocer la actividad verdadera de las muestras. En algunos casos, no obstante, es imprescindible conocer la actividad absoluta de las muestras:

1. Para calcular rendimiento en la producción de radioisótopos
2. Para calcular dosis de radiación en estudios biológicos
3. Para calcular contaminación de aguas o alimentos y determinar cuánto peligro ofrece dicha contaminación para la población.
4. Para calcular la cantidad de elementos-trazas en materiales que al irradiarse forman productos radiactivos (análisis por activación).
5. Para la determinación del período de semidesintegración de radioisótopos de larga vida.

Existen métodos primarios y secundarios para determinar el número de desintegraciones que ocurren en una substancia en cierto tiempo. Métodos primarios son aquellos mediante los cuales se obtiene la actividad verdadera de una muestra sin necesidad de usar un patrón de referencia, mientras que los métodos secundarios están basados en una comparación con un patrón de referencia.

Hay varios factores que deben tomarse en cuenta al llevar a cabo una valoración:

1. Esquema de desintegración tanto del patrón de referencia como de la muestra que se desea valorar. Si desea valorar una muestra de un emisor de gamas y betas midiendo solamente las gamas emitidas, es imprescindible saber qué fracción de las desintegraciones totales van por vía de emisión gama, para así poder calcular la razón de desintegración total.

2. Período de semi-desintegración tanto del patrón de referencia como de la muestra que se desea valorar. El período de semi-desintegración de la referencia debe ser lo suficientemente largo para que no haya cambio en su actividad durante el tiempo en que se hace la medida. Si el período de semi-desintegración de la muestra es muy corto puede ser necesario hacer correcciones por el tiempo que toma la determinación.

3. Energía de desintegración - El método a usarse para la valoración dependerá del tipo de emisión y de su energía.

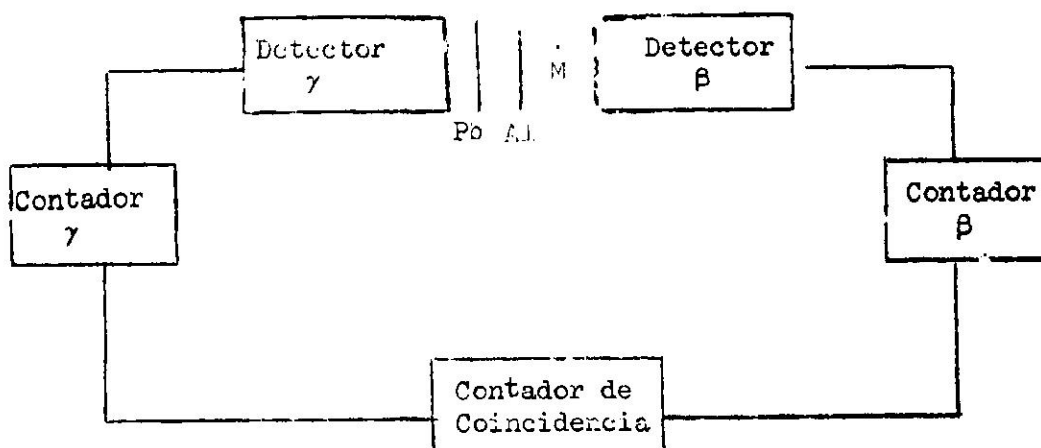
4. Pureza radioquímica y radioisotópica de la muestra - Es necesario conocer estos dos factores para eliminar la contaminación presente antes de la valoración, evitar cualquier interferencia durante las medidas o restar su contribución a los resultados.

#### I. Algunos Métodos primarios

1. Medidas calorimétricas - La razón de desintegración de un emisor puro de alfas o de betas débiles puede determinarse midiendo la energía total emitida por una muestra en cierto tiempo. Conociendo la energía promedio por desintegración del emisor, puede calcularse el número de desintegraciones por unidad de tiempo usando la siguiente relación:

$$\frac{\text{desintegraciones/}}{\text{unidad de tiempo}} = \frac{\text{Energía total absorbida en calorímetro/unidad de tiempo}}{\text{Energía promedio por desintegración}}$$

2. Circuitos de coincidencia - Este método se aplica a radioisótopos emisores de betas y gamas simultáneas cuyo esquema de desintegración sea conocido y relativamente simple. Es más satisfactorio cuando el nucleido emite solamente una beta y una gama simultáneamente. El siguiente diagrama ilustra un sistema para hacer medidas de coincidencia:



Se coloca la muestra entre dos detectores; uno que es sensitivo a betas y otro que es sensitivo a gamas. El detector  $\beta$  puede ser de cualquier tipo, por ejemplo, un Geiger de ventana fina o un cristal sensitivo a betas con un tubo fotomultiplicador. Su eficiencia para gamas debe ser baja. El detector gama puede ser un Geiger de alta eficiencia o un detector de centelleo. El filtro de aluminio ilustrado en el esquema evita que algunas betas lleguen al detector gama, y el de plomo de poco espesor absorbe la radiación electromagnética del efecto "Bremstrahlung" en el filtro de aluminio. Los pulsos que provienen de ambos detectores, beta y gama, se registran respectivamente en los dos contadores y pasan a través de un circuito de coincidencia. El contador de coincidencia solamente registrará cuando reciba dos pulsos simultáneos. Estos pulsos coincidentes se pueden clasificar como:

a) pulsos coincidentes puros = aquellos que surgen de una beta y una gama emitida por un mismo núcleo.

b) pulsos coincidentes impuros = aquellos que surgen de una beta y una gama emitidas por diferentes núcleos.

Si  $C_\beta$ ,  $C_\gamma$  y  $C_c$  son los contajes obtenidos en los contadores de betas, de gamas y de coincidencia respectivamente, debidamente corregidos por efecto ambiental y coincidencias impuras,  $K_\beta$ ,  $K_\gamma$  y  $K_\beta K_\gamma$  son las eficiencias globales de estos contadores respectivamente, se pueden establecer las siguientes

relaciones:

$$A = \frac{C_{\beta}}{K_{\beta}} \quad (1)$$

$$A = \frac{C_{\gamma}}{K_{\gamma}} \quad (2)$$

$$A = \frac{C_c}{K_{\beta}K_{\gamma}} \quad (3) \text{ donde } A \text{ es la actividad verdadera de la muestra}$$

Si se resuelve por  $K_{\beta}$  en (1) y por  $K_{\gamma}$  en (2) y se substituyen dichos valores en (3), se obtiene la siguiente relación:

$$A = \frac{C_{\beta}C_{\gamma}}{C_c}$$

### 3. Sistemas con geometría 4 $\pi$

Un sistema 4 $\pi$  es uno que rodea completamente la muestra. Puede conseguirse una geometría 4 $\pi$  montando cara a cara dos detectores 2 $\pi$  (pueden ser Geiger, Proporcional o de Centelleo) haciendo una esfera con la muestra montada en el mismo centro geométrico en una capa bien fina. En esta forma todas las emisiones de la muestra son detectadas no importa la dirección en que salgan. Este método es el más conveniente para emisiones beta con energía máxima de por lo menos 0.3 Mev.

Otra forma de obtener una geometría 4 $\pi$  es introduciendo el material radiactivo a valorarse en forma de gas dentro del volumen sensitivo del detector (Geiger o Proporcional). Este método es satisfactorio para emisiones beta de baja energía. C-14, S-35 y Tritio pueden contarse en forma de CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub> y Tritio gaseoso respectivamente. La ventaja principal de este detector es la eliminación de correcciones de absorción por material externo y por autoabsorción.

#### 4. Método utilizando contador Geiger modificado

Se puede llegar a la actividad verdadera de una muestra determinando los factores que contribuyen al valor de K en la siguiente relación:

$$A_{\text{verdadera}} = \frac{A_{\text{aparente}}}{K}$$

donde  $K = fg \text{ fr } fa \text{ fau } fd \text{ fed } fr$

$fg$  = factor de geometría

$fr$  = factor de retrodispersión

$fa$  = factor de absorción

$fau$  = factor de autoabsorción

$fd$  = factor de dispersión

$fed$  = corrección por esquema de desintegración

$fr$  = corrección por tiempo de resolución

En el detector Geiger de ventana en un extremo se hace difícil evaluar el factor de geometría, ya que el volumen sensible del tubo Geiger varía con cambios en temperatura. Sin embargo, se puede definir la geometría del sistema si se coloca entre la muestra y el detector una placa metálica con un orificio cónico en su centro.



El grueso de la placa depende del radioisótopo en particular que se va a medir, debe ser lo suficiente para detener todas las betas emitidas, de tal suerte que las betas pasarán exclusivamente por el orificio central. El diámetro del orificio define la geometría y la independiza de posibles cambios de volumen sensible del detector.

5. Determinación de la cantidad total del radioisótopo en la muestra

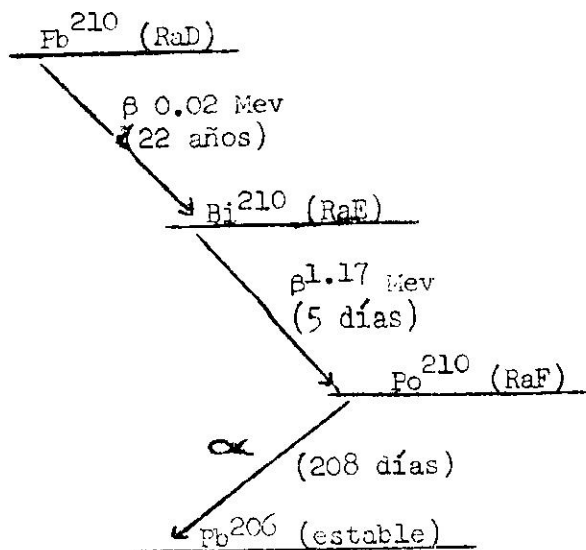
De acuerdo con la fórmula  $A = \lambda N$ , si se conoce la constante de desintegración ( $\lambda$ ) y el número total de átomos del radioisótopo en la muestra, se puede calcular la actividad. Se puede calcular N del peso de la muestra si ésta es una substancia conocida con alto grado de pureza y el radioisótopo está presente en la misma libre de portador. Además el método es aplicable solamente si el período de semidesintegración es lo suficientemente largo para que no haya cambio apreciable en la actividad durante el análisis.

II. Métodos Secundarios

Todos los métodos secundarios de valoración envuelven el uso de patrones de referencia o standards. A continuación se incluye una lista de los standards más usados:

<u>Emisiones alfa</u>	<u>Emisiones Beta</u>	<u>Emisiones Gamma</u>
Po - 210	RaDEF	Co-60
U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>	Co-60	Cs-Ba-137
	Sr-Y-90	Na-22
	Tl-204	

RaDEF es una mezcla de los radionucleídos  $Pb^{210}$ ,  $Bi^{210}$ ,  $Po^{210}$  que llegan a equilibrio secular de acuerdo al siguiente esquema:



Las betas de RaE con energía máxima de 1.17 Mev sirven de referencia y exhiben un período de semidesintegración relativamente largo (22 años) debido a que RaE está en equilibrio con RaD.

Requisitos del standard:

1. Debe tener energía de desintegración similar al desconocido.
2. La distribución de energías debe ser similar a la del desconocido.
3. Condiciones de detección deben ser similares en ambos casos, sino deberán hacerse las correcciones necesarias.

1. Método utilizando una referencia del mismo radioisótopo que se va a valorar.

Este es el método ideal para valorar una muestra por medidas comparativas. En este caso, la muestra debe ser contada en la misma posición que el standard, debe estar uniformemente distribuída en aproximadamente la misma área que el standard, y la base sobre la cual está montada la muestra debe ser igual a la del standard. Así, la actividad verdadera de la muestra a valorarse puede obtenerse de la siguiente relación:

$$A_M = \frac{\text{contaje de muestra}}{\text{contaje de standard}} \times A_{\text{standard}}$$

2. Método utilizando una referencia que no es del mismo radioisótopo que se va a valorar

En este caso se hace una curva de absorción tanto de la muestra como de la referencia. Se corrigen los contajes por absorción debido a material externo (cubierta, aire y ventana) extrapolarlo ambas gráficas hasta absorbente total cero. Bajo estas condiciones, puede compararse los contajes con absorbente total cero con las actividades verdaderas. Así que, la actividad verdadera de la muestra  $(Av)_M$  puede calcularse de la siguiente relación:

$$(Av)_M = (Av)_S \times \frac{(A_0)_M}{(A_0)_S}$$

donde  $(Av)_S$  = actividad verdadera del standard

$(A_0)_S$  = contaje con absorbente total cero del standard

$(A_0)_M$  = contaje con absorbente total cero de la muestra

Si la muestra contada ha sido preparada mediante dilución de una porción alicuota de la solución original, hay que tener en cuenta el factor de dilución (F.D.), ya que:

$$\text{Actividad específica de solución original} = \text{actividad específica de solución final} \times \text{FD.}$$

Conviene advertir que si se usa RaDEF como standard, se observará un punto de inflección marcado en la primera porción de la curva de absorción. Esto se debe a la contribución de una beta de 0.02 Mev de RaD, por lo tanto se debe extrapolar dicha curva usando como base la porción recta observada entre 15 y 25 mg/cm<sup>2</sup> de absorbente total.



## CAPITULO VI

### METODOS DE SEPARACION QUIMICA

A pesar de que la química de los radioisótopos es esencialmente la misma que la de sus isótopos estables y que en la separación de mezclas de aquellos se han utilizado todos los métodos químicos convencionales, ha sido además necesario desarrollar nuevas técnicas para resolver problemas que se presentan en estas separaciones. Muchas veces hay que trabajar rápidamente para que al terminar la separación haya todavía cantidades medibles de radioisótopos cuyos períodos de semi-desintegración son muy cortos. Otras veces las cantidades de materiales disponibles son excesivamente pequeñas.

Al igual que en los métodos de separación química ordinarios, no puede conseguirse a la vez un alto grado de pureza y un alto grado de rendimiento. Debe advertirse que pureza química y pureza radioquímica no son términos sinónimos. En trabajo a nivel de trazas cobran importancia factores cuyo efecto en el rendimiento es mínimo cuando se trata de cantidades grandes.

La necesidad de nuevas técnicas para la separación de radioisótopos ha aumentado con el desarrollo de métodos de preparar los mismos en los reactores y máquinas aceleradoras de partículas, y con el desarrollo del método cuantitativo para determinar trazas de elementos conocido como análisis por activación.

### INTERCAMBIO IONICO

De todos los métodos químicos de separación el que quizás más ha ayudado en la separación química de los productos de fisión de uranio, especialmente de los elementos tierras raras, ha sido el de intercambio iónico.

El método de intercambio iónico no es, por sí solo, un método analítico

completo, ya que en general no permite detección cualitativa o cuantitativa directa. Es más bien un complemento para los métodos corrientes. Es una técnica que permite mediante concentración, separación y aislación preparar material para ser analizado por otros métodos. Bajo ciertas condiciones la razón de elución de algunos materiales puede usarse como criterio de identificación.

Esta técnica consiste en un intercambio reversible de iones de igual signo entre un sólido y una solución en contacto con éste. Las sustancias utilizadas como adsorbentes (fase sólida) deben llenar los siguientes requisitos:

1. completamente insolubles en agua, ácidos y bases débiles o fuertes
2. razonablemente resistentes a aumentos en temperatura
3. poseer estructura permeable
4. exhibir área superficial grande

Entre los adsorbentes inorgánicos los primeros que fueron utilizados para intercambio iónico fueron las zeolitas o silicatos complejos de aluminio que ocurren en la naturaleza. Se usaron principalmente para remover sales de Ca y de Mg del agua.

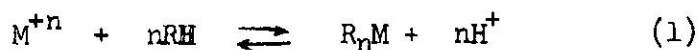
Los adsorbentes orgánicos, de mayor aplicación que los inorgánicos, son las llamadas resinas de iones intercambiables. Estas sustancias fundamentalmente son polielectrolitos de peso molecular alto, insolubles en gran variedad de disolventes. Tienen estructuras complejas que consisten de una red hidrocarbúrica y muchos grupos polares dispersos en alguna forma entre esa matriz orgánica. La matriz orgánica puede ser producida por la polimerización de compuestos mediante una condensación del tipo fenol-formaldeído o por una polimerización de tipo vinilo como la polimerización de estireno ( $C_6H_5CH = CH_2$ ) o de estireno conjuntamente con divinilbenceno ( $CH_2 = CHC_6H_4 - CH = CH_2$ ). Las resinas más útiles son copolímeros de estireno

con divinilbenceno. La cantidad de divinilbenceno determina el grado de entrelazamiento de las resinas que a su vez tiene que ver principalmente con la porosidad y la selectividad de las mismas. A mayor grado de entrelazamiento más compacta será la resina. La nomenclatura de las resinas indica generalmente el porcentaje de divinilbenceno. Por ejemplo, la resina Dowex 1-10 contiene 10% de dicho compuesto.

La red hidrocarbúrica puede ser considerada como una estructura tridimensional con poros cuyo tamaño permite el paso de iones pequeños impidiendo el paso de los grandes efectuando de este modo una separación de iones.

Los grupos funcionales, o sea, los grupos polares, son los responsables del proceso de intercambio. De acuerdo a los grupos polares, la resina puede ser catiónica (intercambia cationes) o aniónica (intercambia aniones). Los grupos polares más comunes en las resinas catiónicas son grupos ácidos como el sulfónico ( $-\text{SO}_3\text{H}$ ) y el carboxílico ( $-\text{COOH}$ ), y en las resinas aniónicas son grupos básicos como bases cuaternarias de amonio ( $=\text{N}^+\text{OH}^-$ ) y grupos amino primarios ( $-\text{NH}_2$ ), secundarios ( $=\text{NH}$ ) y terciarios ( $\approx\text{N}$ ). Además de éstas, existen resinas con otros grupos polares para aplicaciones especiales.

Las resinas catiónicas son las que más han sido estudiadas y las que más aplicaciones tienen en las separaciones de especies radiactivas. Podemos representar la reacción de una resina catiónica en su forma ácida (R-H) con un ión metálico ( $\text{M}^{+n}$ ) en la siguiente forma:



Esto es, las resinas catiónicas pueden existir en forma de ácidos libres o en forma de sales de estos ácidos. Los hidrógenos de los grupos ácidos son ionizables y pueden sustituirse por cationes metálicos. Las resinas pueden también utilizarse en la forma de sales para la etapa de adsorción.

Factores que hay que tener en cuenta al seleccionar una resina:

1. Estructura de la red hidrocarbúrica - a menor grado de entrelazamiento:

- a) mayor solubilidad
- b) mayor velocidad de difusión interna
- c) menor selectividad
- d) mayor capacidad de intercambio para iones pesados
- e) mayor capacidad de expansión
- f) mayor fragilidad

La presencia de agua causa expansión de la resina en relación inversa al grado de entrelazamiento, siendo extremadamente grande a un grado de entrelazamiento bajo. La expansión es sensitiva a la composición de la solución, siendo menor a baja concentración salina. Otro factor importante lo constituye la movilidad de los grupos funcionales; cuando éstos están firmemente unidos a la resina la cantidad de expansión es menor.

La razón de intercambio iónico está controlada principalmente por la razón de difusión y es dependiente por tanto del grado de entrelazamiento debido al efecto de expansión. A un grado de entrelazamiento bajo la razón de difusión se aproxima a la de soluciones acuosas.

La selectividad es afectada por el grado de entrelazamiento. Tiende a aumentar con un aumento en éste, aumentando a la vez la dependencia en la conversión fraccionada de la resina de una forma a la otra. En algunas ocasiones este último efecto suele ser tan grande que puede considerarse que ha ocurrido una inversión de la selectividad.

Para concentraciones mínimas la razón de distribución (D) de un catión A en equilibrio con la resina está dada por la expresión

$$D = \frac{(\%A) \text{ resina}}{(\%A) \text{ solución}} \quad \frac{\text{Volumen de solución}}{\text{masa de resina}}$$

D es constante para un ión en particular en una solución dada y usando una resina específica a determinadas condiciones. Este valor es una medida de la selectividad de la resina. Otros factores que afectan la selectividad son:

a) naturaleza de ión adsorbido - la selectividad aumenta con un aumento en la carga iónica y disminuye con un aumento en el tamaño de catión hidratado.

b) presencia de otros solutos - este factor no afecta grandemente la selectividad excepto en aquellos casos en que hay conversión apreciable a una forma iónica diferente o formación de iones o moléculas complejas.

Muchas veces, como en el caso de las tierras raras (número atómico 57-71) la afinidad de estos elementos por una resina es tan similar, que es necesario recurrir al uso de agentes que alteren en alguna forma la velocidad a que bajan los diversos cationes por una columna y así poder obtener fracciones en donde haya enriquecimiento de uno u otros cationes. El uso de soluciones para eluir que contengan aniones capaces de formar iones complejos con los cationes liberados, ha sido de enorme utilidad en la realización de estas separaciones. Un complejo de mucha estabilidad reduce significativamente la concentración de un catión libre y minimiza la readSORCIÓN del mismo por la resina acelerando así el paso de éste por la columna. Para fraccionar las tierras raras, se han usado con gran éxito soluciones de citrato. La presencia de este anión en el eluyente establece una competencia por los cationes de las tierras raras entre la resina y el citrato. Cada especie de catión continuamente intercambia entre la resina y el ión complejo. A medida que el frente del líquido eluyente va bajando por la columna, los cationes del eluyente reemplazan los cationes de las tierras raras en la resina y la banda de tierras raras va bajando por la columna. Al mismo tiempo que dicha banda baja se va haciendo más dispersa y aquellos cationes de tierras raras cuyos complejos con citrato tienen mayor estabilidad, bajarán más rápidamente por la columna. En esta forma se logra cierta diferenciación, y repitiendo el proceso en las distintas fracciones recogidas se separan finalmente todos los elementos.

Otro ejemplo de lo anterior es la separación de cobalto y níquel por medio de una solución concentrada de ácido clorhídrico y una resina aniónica. El cobalto forma un ión complejo con cloro, el cual es adsorbido en la resina. El níquel al no formar este ión complejo pasa a través de la resina sin ser adsorbido por ésta.

c) concentración total de electrolitos en solución - El factor D disminuye con un aumento en la concentración de electrolitos. Este efecto depende de la carga del ión y la concentración total. A mayor dilución mejor separación salvo complicaciones debidas a hidrólisis o a formación de coloides.

## 2. Tamaño y forma de las partículas:

Aunque la separación de los iones por intercambio iónico es afectada por el intercambio rápido de los iones con los grupos funcionales, el factor determinante es la difusión de los iones a través de la resina, razón por la cual la efectividad de la resina aumenta al disminuir el tamaño de las partículas. Se prefiere un tamaño esférico siendo esta la forma de menor volumen libre, ofreciendo por tanto mayor resistencia a fluir.

La temperatura tiene un efecto marcado sobre la velocidad de reacción. Un aumento en temperatura conlleva equilibrio en menor tiempo y disminución en la razón efectiva de los platos teóricos a una razón de flujo dada.

La capacidad de intercambio iónico puede ser expresada en varias formas como por ejemplo miliequivalentes por gramo de resina seca, o miliequivalentes por mlilitro de resina húmeda. El proceso de intercambio iónico puede llevarse a cabo en dos formas, a saber: pasando la solución por una columna de resina o mezclando la solución con la

resina. Esta última técnica se emplea para estudios de equilibrio, la primera para la separación de los iones.

En la técnica de columna, la solución que contiene los iones puede pasar a través de la columna, consiguiendo una migración de los iones a una razón dependiente de la afinidad de la resina por las distintas especies iónicas, apareciendo primero en el efluente aquellos iones adsorbidos más débilmente. Si se examina el proceso haciendo una gráfica de la concentración de cada ión en particular contra el volumen de efluente, se observará que las curvas son de forma sigmoide y se notará una superimposición de las curvas correspondientes a diferentes iones cuando no ha habido buena separación.

La técnica más usada corrientemente consiste en añadir los iones en solución a la columna siendo éstos adsorbidos en la parte superior de la misma y luego removidos por la adición de un eluyente que hace separar la banda de iones en bandas correspondientes al número de iones según el eluyente baja por la columna. Este es el método conocido como técnica de elución.

Las columnas utilizadas para propósitos experimentales son relativamente pequeñas. El tiempo necesario para cada separación es proporcional al largo de la columna. El largo de la misma dependerá a su vez de la diferencia en selectividad, a menor diferencia, mayor el largo de la columna. Es preferible usar partículas pequeñas (100-200 mesh) ya que la rapidez con la cual se llega a equilibrio es inversamente proporcional al tamaño de las mismas; y además se disminuye el problema de que se seque la resina al usar soluciones acuosas.

Al preparar la columna de resina añadiendo la misma en forma de una suspensión acuosa por lo regular es necesario convertirla a la forma deseada por medio de un electrolito apropiado. Aunque sería preferible que éste estuviese a una concentración alta para evitar el uso de volumen grande,

esto correspondería a un intercambio lento. Para resinas conteniendo de 8-10% de divinilbenceno puede usarse soluciones cuya concentración fluctúe entre 0.5 - 2 M. Luego de la etapa de conversión se puede lavar la columna con agua destilada.

Toda vez que la mayor parte de las resinas en su forma original contienen impurezas, es conveniente lavar las mismas con soluciones ácidas o con soluciones básicas fuertes. Para impurezas orgánicas puede emplearse acetona, alcohol o éter seguido de agua.

Al añadir a la columna la solución que contiene los iones a separarse, la concentración de éstos debe ser baja ( $10^{-1}$  -  $10^{-3}$  M). Si hay peligro de hidrólisis conviene acidificar la solución dentro de ciertos límites. Procede luego la etapa de adición de los agentes acomplejantes, si ello fuese necesario. El material no adsorbido es desplazado de la columna por medio de agua destilada, ácido diluído o algún reactivo especial.

Es posible controlar la naturaleza y la magnitud de la carga iónica. Es decir, un catión puede ser convertido en un ión complejo y adsorbido en una resina aniónica.

El nivel del líquido no debe bajar de la superficie de la resina ya que esto permite la entrada de aire lo cual retarda la rapidez de flujo, haciéndose necesario por lo regular el remover la resina y volver a reconstruirla.

Se emplea generalmente ácido clorhídrico (3-4 M) para la elución en las resinas catiónicas. Si se examina la ecuación 1, puede explicarse la reversibilidad del proceso de intercambio iónico: las concentraciones de cationes ( $M^{+n}$ ) usadas son siempre muy pequeñas y las cantidades relativas de resina muy grandes. Estas condiciones favorecen la adsorción de los cationes en la resina. Se forman cantidades de  $R_nM$  y  $H^+$  equivalentes a la cantidad de  $M^{+n}$  adsorbida. El usar una concentración alta de ácido en el eluyente favorece la remoción de los cationes de la resina.



Variando adecuadamente la concentración de los reactivos envueltos puede hacerse predominar uno u otro proceso. Se han usado también sales y agentes complejantes, estos últimos con el propósito de aumentar la separación de iones similares o eluciones fuertemente adsorbidas. El ácido clorhídrico es separado de los iones deseados con relativa facilidad, no así cuando se han usado otros electrolitos.

Las curvas de elución se obtienen haciendo una gráfica de concentración de cada ión contra volumen del efluente o contra tiempo si la rapidez de flujo es constante. Si se trata de material radiactivo, el cambio en la concentración se determina por la velocidad de recuento del flujo de líquido efluente o contando porciones separadas del mismo.

Para poder separar una mezcla de cationes es necesario repetir el ciclo de adsorción y elución varias veces hasta tanto se consigan fracciones puras de los varios componentes.

Esta técnica tiene un buen número de aplicaciones entre las cuales merecen atención las siguientes:

(1) Purificación y preparación de reactivos - limitado a resinas aniónicas, afortunadamente muchos cationes pueden ser adsorbidos en la forma de aniones complejos.

(2) Preparación de muestras - influye el análisis de iones para los cuales no existen técnicas simples, por medio de la substitución cuantitativa del ión en cuestión por otro de más fácil análisis; la remoción de iones interferentes; la disolución de materiales insolubles; análisis de sólidos sin necesidad de disolverlos primero.

(3) Concentración - este aspecto es de gran importancia en el análisis de trazas y puede llevarse a cabo si la adsorción ocurre a un coeficiente de distribución mayor que la elución.

(4) Separación - permite separar iones de carga opuesta o iones de carga igual.

( ) Identificación - la rapidez de elución de un material a condiciones dadas es una característica que permite su identificación.

### COPRECIPITACIÓN

Una sustancia dada formará un precipitado siempre y cuando se exceda el producto de solubilidad para esa sustancia. Cuando se trabaja con radioisótopos las cantidades presentes son por lo regular tan pequeñas que requerirían una concentración enorme del agente precipitante, lo cual en la mayoría de los casos resulta impráctico. Por este motivo es necesario añadir un portador. Dicho portador puede ser isotópico o no isotópico como se describe a continuación.

Portador isotópico - una sal que contenga el elemento en cuestión en su forma estable. Es de suma importancia que tanto la sustancia radiactiva como el portador estén en idéntica forma química.

Portador no isotópico - el uso de un portador no isotópico se conoce también como precipitación. Si se tiene un radioisótopo de actividad específica alta la cual se desea mantener no debe recurrirse al uso de un portador isotópico ya que éste siendo químicamente idéntico al radioisótopo disminuye la actividad específica del sistema. En estos casos se usa un portador no isotópico que puede luego ser separado de la sustancia de interés.

La coprecipitación puede ocurrir en varias formas:

a) Por reemplazamiento isomorfo:

Ocurre un intercambio de iones entre el radioisótopo y el portador de tal suerte que los cristales serán mixtos. La distribución puede ser homogénea en la cual la razón de distribución está descrita por la ecuación

$$D = \left( \frac{\text{traza}}{\text{portador}} \right)_{\text{sólido}} / \left( \frac{\text{traza}}{\text{portador}} \right)_{\text{solución}}$$

o puede ser no homogénea cuya razón de distribución está descrita por la ecuación

$$D(\text{ó } \lambda) = \log \left( \frac{\text{trazas total}}{\text{trazas en solución}} \right) / \log \left( \frac{\text{portador total}}{\text{portador en solución}} \right)$$

La naturaleza de la distribución es dependiente de las condiciones de la precipitación. El equilibrio homogéneo se alcanza por medio de una precipitación rápida agitando una solución supersaturada seguida de digestión. El segundo tipo de distribución se obtiene mediante una precipitación lenta en una solución saturada o una precipitación rápida con agitación en una solución supersaturada seguidas en ambos casos por una filtración inmediata. Si la precipitación se obtiene añadiendo el agente precipitante se producirán ambos tipos de distribución debido a que se establecen diferencias en concentración en distintas regiones de la mezcla.

b) Por formación anómala de cristales mixtos:

Ocurre un reemplazamiento similar al homogéneo mencionado arriba. Se considera anómala ya que el reemplazamiento tiene lugar únicamente cuando se trata de trazas, con cantidades mayores no se observa el efecto.

c) Adsorción de superficie - la adsorción tiene lugar en la superficie del precipitado. La razón de distribución varía de un experimento a otro.

d) Adsorción interna - Los iones del elemento traza son atrapados dentro de los cristales del precipitado durante el crecimiento de los mismos. Este proceso no es equivalente a la formación de cristales mixtos. La distribución es irregular. Al igual que en la adsorción de superficie, la razón de distribución es variable.

En la práctica no siempre es posible clasificar una precipitación en una de las clases anteriores, debido a las condiciones experimentales.

La selección del precipitado se basa en consideraciones de solubilidad y rendimiento, selectividad, facilidad de preparación y purificación, facilidad de conversión a la forma final, toxicidad y peligro de exposición. Es necesario que el precipitado arrastre una buena parte de la traza. Si hay trazas de más de un ión en solución se establece una competencia. La efectividad de los precipitados aumenta con la cantidad de superficie, por consiguiente se prefiere el uso de precipitados gelatinosos, o finamente divididos--éstos son más fáciles de obtener a temperatura de salón que a temperaturas más elevadas. Debe evitarse la digestión del precipitado y la agitación prolongada. Una solución más concentrada producirá un precipitado más fino. La efectividad se consigue, sin embargo, a expensas de la selectividad.

La co-precipitación será más efectiva mientras menor sea la solubilidad del compuesto formado y menor la disociación iónica del compuesto adsorbido. La cantidad del compuesto adsorbido aumenta con la carga del ión. Si la solución contiene cantidades grandes de electrolito se reducirá la adsorción de superficie.

#### EXTRACCION POR DISOLVENTES

Si una substancia es soluble en dos disolventes que son inmiscibles, al añadir la substancia a una mezcla de los dos disolventes, ésta se distribuirá entre ellos en una proporción definida la cual es constante a una temperatura dada e independiente de la concentración de la substancia. Esta proporción constante se llama coeficiente de distribución y puede expresarse como:

$$K_D = \frac{C_2}{C_1}$$

donde  $C_2$  y  $C_1$  son las concentraciones de la substancia en cada uno de los dos disolventes inmiscibles. Esta ley no obedece rigurosamente las reglas

de termodinámica. Tampoco se aplica estrictamente si el soluto se asocia o disocia en uno o ambos medios. La interacción del soluto con los otros componentes de cada fase afecta su concentración.

La distribución del soluto a niveles bajos de concentración será igual a la distribución a concentraciones mayores siempre que se cumplan los siguientes requisitos: Primero: Que la naturaleza del soluto no sea función de su concentración. Si se trata de una molécula conteniendo más de un átomo radiactivo hay tendencia a disociación en la misma forma que la molécula original. Ejemplo de lo anterior lo será la disociación de  $\text{Cl}_2$  (aq) en  $\text{Cl}^-$  y HClO. Segundo: Que no se adsorban cantidades apreciables de la sustancia radiactiva en la interfase entre los dos disolventes.

Bajo condiciones no ideales, se utiliza el concepto de razón de distribución definido como:

$$D = \frac{\text{concentración total en la capa orgánica}}{\text{concentración total en la capa acuosa}}$$

Bajo condiciones ideales D es igual a  $K_D$ .

Esta razón de distribución D es afectada por la temperatura, por la concentración de todas las especies químicas envueltas, por la razón de volúmenes de las dos capas y por la presencia de sólido.

La rapidez de separación de las fases aumenta mientras mayor sea la diferencia en densidad entre ambas. La viscosidad debe mantenerse baja para facilitar la rapidez de separación de las dos capas.

Otro concepto que se emplea con frecuencia es el de por ciento de extracción, el cual está relacionado a la razón de distribución por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de extracción} = \frac{100 D}{D + V_a/V_o}$$

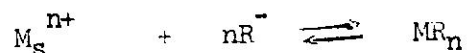
donde  $V_a$  y  $V_o$  son los volúmenes de las capas acuosas y orgánicas respectivamente.

Toda vez que los disolventes orgánicos tienen constantes dieléctricas bajas se hace necesario que las especies a ser extraídas sean eléctricamente neutrales. Se requiere además que los iones disueltos en la capa acuosa se deshagan de toda o por lo menos de una gran parte de su agua de solvatación.

Los iones metálicos disueltos en la capa acuosa forman especies eléctricamente neutrales en una de dos formas: por formación de complejos de coordinación o por asociación de iones.

### Complejos de coordinación

Podemos representar la formación del complejo mediante la siguiente fórmula:



donde  $M^{n+}$  es un catión de valencia igual a  $n$  y  $R^-$  es un anión de un agente de coordinación o quelación.

Los complejos de coordinación pueden dividirse en tres grupos, a saber: complejos simples, complejos quelados y heteropoliácidos.

En los complejos simples el ión metálico se une al ligandomonofuncional de acuerdo a su número de coordinación (Ej.  $Fe(CN)_6^{4-}$ ). La unión producirá especies neutrales y por lo tanto extraíbles directamente, o especies que se asociarán a otros iones mediante el proceso de asociación iónica que se explica más abajo.

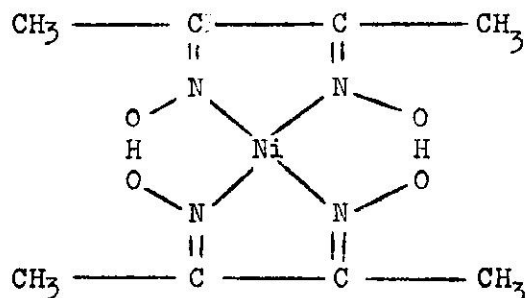
Ejemplos de ligandos simples:  $NH_3$ ,  $RO_4$ ,  $CN^-$ ,  $OH^-$ ,  $Cl^-$ .

Los complejos quelados son los más importantes de los complejos de coordinación. Aquí el ión metálico se coordina a una base polifuncional formando un compuesto cíclico. Los grupos funcionales del agente de quelación deben estar situados de modo que se produzca un anillo de cinco o seis átomos. Los ángulos deben ser lo más parecido posible a los ángulos normales en un enlace covalente. La estabilidad del complejo aumenta con el número de anillos debido al aumento en la eliminación del agua de solvatación.

El agente de quelación actúa como una base de Lewis. De estar en la forma ácida se convierte a la básica mediante la pérdida de un protón. La cantidad de complejo formado será función de la constante de equilibrio para la reacción y de la concentración del agente de quelación. La estabilidad del complejo aumentará como función inversa de la electronegatividad de los átomos donantes de electrones y como función directa de los iones metálicos. Un metal con razón alta de carga a radio iónico será más estable que uno en el cual esta razón sea más baja.

Un aumento en el número de estructuras resonantes para el complejo de quelación tendrá como resultado un aumento en la estabilidad del mismo que es también afectada por la presencia de substituyentes en el anillo formado por el complejo produciéndose un efecto estérico.

Entre los agentes de quelación más usados pueden mencionarse los siguientes: ácido tartárico; 8-quinolinol; dimetilglioxima, y EDTA. La coordinación de dimetilglioxima con níquel está representada por la siguiente fórmula estructural:



En los heteropoliácidos el átomo central del complejo es un ión complejo en vez de sencillo. Son por lo regular ácidos oxigenados con un átomo de un elemento como boro, silicio, fósforo o arsénico, y átomos de otro elemento como molibdeno o tungsteno.

#### Complejos por asociación de iones

En este proceso, el ión metálico puede coordinarse con un líquido produciéndose un ión complejo positivo que se asociará luego a un anión dando

lugar a la especie eléctricamente neutral, o puede coordinarse a un anión de tal suerte que resulte un anión complejo que puede asociarse a un catión, ocurriendo entonces la asociación de iones.

Los sistemas de asociación iónica se pueden agrupar en tres categorías, a saber: 1) Incorporación del catión en un ión orgánico grande o asociación con otro ión de gran tamaño. 2) Asociación de aniones como haluros, tio-cianatos y nitrato, y el oxígeno del disolvente orgánico. 3) Incorporación en sales de peso molecular alto que se disuelven con disolventes orgánicos formando agregados coloidales.

La estabilidad de los complejos por asociación iónica depende de la temperatura, de la constante dieléctrica del disolvente y del tamaño de los iones.

El método de extracción por disolventes es un método rápido, cualidad que cobra gran importancia cuando se trata de separar un isótopo de período de semidesintegración corto. La técnica permite además el separar un ión presente en una atmósfera de muchos iones, variando el pH. Por medio de extracción por disolventes se puede conseguir un ión metálico en un disolvente orgánico de fácil evaporación. Si la primera extracción no es lo suficientemente eficiente, puede repetirse la misma cuantas veces sea necesario. Los gramos  $X_n$  que permanecen en el disolvente original luego de un número de extracciones está dada por la expresión

$$X_n = a(KM/N + KM)^n$$

donde  $M$  representa el volumen de la capa acuosa,  $N$  el volumen de la capa no acuosa,  $a$  el peso en gramos de soluto disuelto originalmente en la capa acuosa y  $K$  la razón de las concentraciones de capa acuosa a la capa no acuosa expresadas en gramos por unidad de volumen.

Las extracciones deben hacerse con volúmenes pequeños de disolvente aunque ésto conlleve mayor repetición del proceso.



Szilard - Chalmers

Este es un método de aplicación limitada pero muy útil cuando se desea separar mezclas de isótopos producidos por reacciones del tipo  $(n, \gamma)$  o  $(d, p)$  en cuyo caso los productos son isótopos del elemento original.

En una reacción nuclear se produce la captura de la partícula proyectil resultando en un núcleo en estado de excitación. Para volver al estado raso el núcleo tiene que deshacerse del exceso de energía mediante la emisión de rayos gama o de un nucleón. El primer caso sería una reacción de activación y el segundo de trasmutación.

Si se utilizan reacciones del tipo  $(n, \gamma)$  con neutrones termales, éstos no imparten suficiente energía al núcleo para romper enlaces, pero siendo así que la captura de neutrones es seguida de emisión de gamas para deshacerse del exceso de energía, el núcleo emitirá uno o más fotones y al así hacerlo sufrirá un retroceso, condiciones necesarias para la conservación de cantidad de movimiento. Dicha energía de retroceso puede ser suficiente para romper el enlace que une al átomo en cuestión al resto de los átomos de una molécula. El momento del fotón gama es igual a:

$$P_r = \frac{h\nu}{c}$$

P= momento  
h= constante  
 $\nu$ = frecuencia  
c= velocidad de la luz

De acuerdo a la ley de conservación de momento el núcleo que retrocede ha de tener un momento igual en magnitud al del fotón. La energía de retroceso está dada por

$$E_r = \frac{p^2}{2M} = \frac{p_r^2}{2M} = \frac{(h\nu)^2}{2Mc^2}$$

M = masa de núcleo  
 $E_r$  = energía de retroceso del núcleo

Siendo así que el equivalente de una unidad de masa atómica en reposo

es igual a 931 Mev, la ecuación anterior puede expresarse como:

$$E_r = \frac{E_\gamma^2}{1862A}$$

A = Masa atómica  
E = Energía del neutrón bombardeador

El radionucleído ya separado del resto de la estructura molecular, se encuentra en una forma química distinta a la original y es posible separarlo si las posibilidades de recombinación o intercambio son pequeñas. Esta última condición puede conseguirse si el radionucleído está en una forma donde es difícil el intercambio isotópico, por ejemplo, en forma de un precipitado, o añadiendo un portador isotópico reduciéndose así la concentración de los núcleos radiactivos y por tanto la probabilidad de recombinación.

Si un yoduro de alcoholo (RI) es bombardeado con neutrones termales, la mayor parte de la actividad debida al iodo-128 producido puede extraerse en agua a la cual se le ha añadido un agente reductor para reducir el iodo elemental a yoduro.

Se presume que el núcleo pierde electrones al retroceder y romper el enlace C-I formándose la especie positiva, pasando luego a la forma neutral o negativa (I<sup>-</sup>) al incorporar electrones por medio de colisiones repetidas. Ambas formas llevan a cabo intercambio en el iodo elemental previamente añadido como portador.

Cuando el compuesto bombardeado está en solución diluída o en la fase gaseosa su comportamiento se ajusta a lo discutido en el párrafo anterior. Si por el contrario el compuesto está en forma sólida o líquida, una gran parte de la actividad aparece en el compuesto original debido probablemente a un proceso de recombinación cuya naturaleza no ha sido delucidada.

La mayor parte de las separaciones llevadas a cabo por este proceso han sido con halógenos, pero también se han separado P-32, Mn-56 de sus isótopos naturales.

Se puede obtener rendimiento de casi 100% en presencia de portador y hasta 50% en ausencia del mismo.

## CAPITULO VII

### DILUCION ISOTOPICA

El análisis químico convencional generalmente requiere una separación cuantitativa de la sustancia a analizarse. En muchos casos el cumplir con este requisito es un problema difícil. Por ejemplo:

a) el aislar cantidades pequeñas de impurezas sin que ocurran pérdidas significativas de las mismas.

b) el separar los componentes de un sistema complejo en el cual varios componentes tienen propiedades muy parecidas implica un proceso de fraccionación largo y tedioso.

El uso de radioisótopos e isótopos estables como trazadores ha ayudado a resolver situaciones difíciles en el campo de la química analítica. El método de dilución isotópica, bien sea usando radioisótopos o isótopos estables se basa en la determinación de la disminución de la abundancia relativa del trazador añadido al sistema a analizar. El principio de este método no requiere una separación cuantitativa de la sustancia de interés, basta con aislar una cantidad suficiente para la determinación de la abundancia relativa del trazador. En el caso de usar radioisótopos la actividad específica es índice de la abundancia relativa del trazador. La discusión se limitará a estos casos.

#### Requisitos del método:

1. El trazador debe tener un alto grado de pureza química.
2. El trazador debe tener un alto grado de pureza radioquímica.
3. El trazador debe añadirse en la misma forma química que el elemento a analizarse.
4. Debe lograrse una distribución homogénea del trazador con relación a elemento a analizarse.
5. El producto aislado debe tener un alto grado de pureza.

### I. Método Directo

Consiste el método en añadir una cantidad conocida del trazador ("spike") a una cantidad conocida del sistema desconocido, y luego aislar una porción del compuesto marcado para determinar su actividad específica. Es imprescindible que el compuesto aislado sea bien puro, y no es necesaria una separación cuantitativa del mismo. Para asegurarse que la muestra aislada es lo suficiente pura se le determina la actividad específica a través de todas las etapas de la purificación hasta obtener actividad específica constante.

Sí,  $W_0$  = peso de trazador añadido  
 $W$  = peso del componente de interés en la muestra (desconocido)  
 $S_0$  = actividad específica del trazador añadido  
 $S$  = actividad específica del sistema combinado

entonces,

Actividad añadida = actividad total presente en sistema combinado

$$S_0 W_0 = S(W_0 + W) \quad (1)$$

de donde:

$$W = \frac{S_0 W_0 - S W_0}{S} = \left( \frac{S_0}{S} - 1 \right) W_0 \quad (2)$$

Si el trazador añadido está en solución, y se desea conocer la concentración del componente de interés en una solución,

sea:

$V_0$  = volumen de sistema trazador añadido  
 $C_0$  = concentración del componente de interés en el sistema trazador  
 $V$  = volumen de sistema desconocido al cual se añade el sistema trazador  
 $C$  = concentración del componente de interés en el sistema original (desconocido)

substituyendo en la ecuación (1) tenemos que:

$$S_0 V_0 C_0 = S (V_0 C_0 + VC)$$

de dónde:

$$C = \frac{V_0 C_0}{V} \left( \frac{S_0}{S} - 1 \right) \quad (3)$$

Como puede apreciarse de las ecuaciones (2) y (3) la precisión de este método depende del factor  $\left(\frac{S_0}{S} - 1\right)$ , mientras mayor sea  $S_0$  en comparación con  $S$ , mayor será la precisión, por lo tanto, la condición ideal es que el trazador esté libre de portador, para así conseguir un valor máximo para  $S_0/S$ . En el caso en que  $S_0/S$  sea mucho mayor que uno las ecuaciones (2) y (3) se simplificarían a relaciones directas:

$$W = \frac{S_0}{S} W_0 \quad \text{y} \quad C = \frac{V_0 C_0 S_0}{VS}$$

## II. Método Inverso

Es similar al método anterior excepto que en este caso el componente de interés es radiactivo y se determina añadiendo una cantidad conocida del componente en su forma estable; esto es, no radiactivo.

Sí,

$S$  = actividad específica del sistema desconocido

$S'$  = actividad específica del sistema combinado

$W'$  = peso de portador inactivo añadido

$W$  = peso del componente de interés en la muestra (desconocido)

entonces,

$$S'(W + W') = SW$$

de dónde

$$W = W' \left( \frac{S'}{S - S'} \right) \quad (4)$$

La precisión en este caso está limitada por la diferencia  $(S - S')$ . Mientras mayor sea  $S$  en comparación con  $S'$  mayor será la precisión; así que conviene usar un peso  $W'$  grande para que  $S'$ , sea lo menor posible.

Naturalmente no debe llegarse al caso extremo de que  $S'$  sea tan pequeño que su determinación conlleve poca precisión.

### III. Método Doble:

Modificación útil cuando se desconoce la actividad específica original, y ésta no puede determinarse. El método consiste en repetir el método inverso añadiendo cantidades distintas de portador inactivo a cantidades iguales del sistema a analizar.

Sí,

$S$  = peso de portador inactivo añadido al sistema 1

$W'_1$  = peso de portador inactivo añadido al sistema 2.

$S$  = actividad específica del sistema desconocido

$S'_1$  = actividad específica del sistema combinado 1

$S'_2$  = actividad específica del sistema combinado 2

entonces,

$$S'_1(W + W'_1) = SW$$

$$S'_2(W + W'_2) = SW$$

y resolviendo simultáneamente estas dos ecuaciones tenemos que:

$$\begin{aligned} S'_1(W + W'_1) &= S'_2(W + W'_2) \\ \therefore W &= \frac{S'_2W'_2 - S'_1W'_1}{S'_1 - S'_2} \end{aligned} \quad (5)$$

En este caso mientras mayor sea la diferencia entre los pesos de portador inactivo usados ( $W'_1$  y  $W'_2$ ) mayor será la precisión del método.

## CAPITULO VIII

### USO DE INTERCAMBIO DE ISOTOPOS EN ESTUDIOS CINETICOS

#### Introducción

Una reacción de intercambio se define como una en la cual átomos de un elemento en una forma química dada intercambian con átomos del mismo elemento en otra u otras formas químicas. Esta puede visualizarse mediante uno de los siguientes dos mecanismos: transferencia de átomos y transferencia de electrones. Como ilustración del primer mecanismo puede mencionarse el intercambio entre  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  y  $\text{PbCl}_2$  en solución acuosa donde el elemento común Pb, intercambia entre los dos compuestos. Es decir, átomos de Pb que originalmente pertenecían a la especie  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  pasan a ser parte de la especie  $\text{PbCl}_2$  y viceversa. Se obtiene evidencia de este intercambio marcando con plomo radiactivo el nitrato de plomo y observando la aparición de radiactividad en el cloruro de plomo. Un ejemplo del segundo mecanismo es el intercambio que ocurre en el sistema férrico-ferroso.

Cuando el intercambio envuelve una especie radiactiva se le llama intercambio isotópico, ya que lo que se hace evidente es el intercambio del isótopo radiactivo con los isótopos estables del mismo elemento. Naturalmente, el hecho de que ocurre intercambio isotópico confirma las reacciones de intercambio. En el intercambio isotópico el cambio de entalpía ( $\Delta H$ ) es aproximadamente cero, ya que están envueltos átomos de un mismo elemento y las diferencias en masa de los distintos nucleidos son poco significativas. Estas diferencias son más importantes cuando se trata de elementos livianos y su efecto se notará en el valor de  $\Delta H$ . En todos los casos hay un aumento en la entropía ( $\Delta S$ ) del sistema al distribuirse uniformemente el radioisótopo entre las distintas especies químicas presentes.

Todo investigador que utiliza radioisótopos como trazadores no puede ignorar



la posibilidad de que reacciones de intercambio isotópico afectan los resultados experimentales. Por ejemplo, en un estudio metabólico el encontrar actividad en tal o cual especie química no necesariamente quiere decir que la especie química marcada sea resultado del proceso metabólico, podría bien ser el resultado de intercambio isotópico. Teóricamente todas las especies que contienen un elemento común intercambian. El problema a considerar es pues si el intercambio es lo suficientemente rápido para que pueda hacerse evidente y afectar los resultados del estudio.

El tratamiento matemático de la cinética de una reacción de intercambio es relativamente fácil. En un sistema en particular no habrá cambio en la concentración total de los distintos reactivos; sólo habrá un cambio en las actividades específicas de las especies químicas que intercambian hasta llegar a un equilibrio en el cual la distribución del radioisótopo será uniforme entre las distintas especies, o sea, las actividades específicas serán iguales al llegar a equilibrio.

Si se considera una reacción del tipo  $AX + BX^* \rightleftharpoons AX^* + BX$  donde  $X^*$  representa un isótopo radiactivo del elemento X, podemos derivar una expresión para el comportamiento cinético de la misma como se explica a continuación:

Sea:

$a$  = concentración molar de especie AX

$b$  = concentración molar de especie BX

$x$  = actividad de especie AX

$y$  = actividad de especie BX

$R'$  = constante de velocidad de reacción para un sistema dado

$\frac{x}{a}$  = actividad específica de especie AX

$\frac{y}{b}$  = actividad específica de especie BX

El intercambio de actividad para un sistema en particular, no importa cual sea el sistema, es de primer orden siempre, o sea,

$$\frac{dy}{dt} \propto \left( \frac{x}{a} - \frac{y}{b} \right)$$

$$\frac{dy}{dt} = R' \left( \frac{x}{a} - \frac{y}{b} \right) = R' \left( \frac{bx - ay}{ab} \right) \quad (1)$$

En equilibrio los valores correspondientes a "x" y "y" son constantes y se igualan las actividades específicas:

$$\frac{x_{eq}}{a} = \frac{y_{eq}}{b} \quad \text{de donde } x_{eq} = \frac{a}{b} y_{eq}$$

En todo momento  $x + y =$  actividad total (constante)

$$\therefore x_{eq} + y_{eq} = x + y$$

$$\therefore x = x_{eq} + y_{eq} - y = \frac{a}{b} y_{eq} + y_{eq} - y$$

Substituyendo en ecuación (1)

$$\begin{aligned} \frac{dy}{dt} &= \frac{R'}{ab} \left[ b \left( \frac{a}{b} y_{eq} + y_{eq} - y \right) - ay \right] \\ &= \frac{R'}{ab} \left[ a y_{eq} + b y_{eq} - by - ay \right] \\ &= \frac{R'}{ab} \left[ y_{eq} (a + b) - y (a + b) \right] \\ &= \frac{R'}{ab} (a+b) (y_{eq} - y) \\ \frac{dy}{dt} &= -R' \frac{(a + b)}{ab} (y - y_{eq}) \end{aligned}$$

de dónde

$$\frac{dy}{(y - y_{eq})} = \frac{R'(a + b)}{ab} dt$$

Integrando entre los límites  $t_2$  y  $t_1$

$$\int_{t_1}^{t_2} \frac{(y - y_{eq})_2}{(y - y_{eq})_1} = R' \frac{(a + b)}{ab} (t_2 - t_1) \quad (2)$$

Si se escogieran los límites de integración de tal suerte que en el intervalo  $(t_2 - t_1)$ ,

$$\frac{(y - y_{eq})_2}{(y - y_{eq})_1} = 1/2$$

$$\therefore \ln 1/2 = R' \frac{(a + b)}{ab} t_{1/2}$$

donde  $t_{1/2}$  = media vida de la reacción, o sea, el tiempo necesario para que el incremento entre la actividad actual y el valor de equilibrio se reduzca a la mitad.

En términos de logaritmos comunes,

$$2.303 \log 1/2 = - R' \frac{(a + b)}{ab} t_{1/2}$$

$$\therefore R' = \frac{0.693ab}{(a + b)t_{1/2}} \quad (3)$$

Si llevamos a gráfica  $(y - y_{eq})$  vs  $t$  en papel semilogarítmico se obtendrá una línea recta de donde puede determinarse el tiempo medio de la reacción y por lo tanto la velocidad de reacción  $R'$  para el sistema en particular bajo estudio.

La velocidad de reacción para un sistema dado,  $R'$ , depende de la concentración de los distintos reactivos de acuerdo con la relación  $R' = k a^\alpha b^\beta$

donde  $k$  = constante específica de velocidad de reacción

$\alpha$  = orden de la reacción con respecto al reactivo  $a$

$\beta$  = orden de la reacción con respecto al reactivo  $b$

Así que repitiendo el estudio cinético a la misma temperatura manteniendo constante la concentración de uno de los reactivos, pero variando la del otro, se puede determinar el orden de la reacción  $\alpha$  y  $\beta$  respectivamente. En el caso de mantener  $b$  constante una gráfica de "log"  $R'$  contra "log  $a$ " dará una línea recta con inclinación  $\alpha$ ; si por el contrario se mantiene  $a$  constante y se varía  $b$  una gráfica de log  $R'$  contra "log  $b$ " dará una línea recta con

inclinación  $\beta$ . Conociendo así los valores  $\alpha$  y  $\beta$  se puede evaluar "k" o sea la constante específica de velocidad de reacción a la temperatura dada.

El experimento puede llevarse a cabo a dos temperaturas distintas y determinarse la energía de activación por medio de la fórmula

$$\Delta E = 2.303 R \frac{T_2 T_1}{T_2 - T_1} \log \left( \frac{k_2}{k_1} \right)$$

donde  $\Delta E$  = energía de activación

$T_2$  = temperatura 2

$T_1$  = temperatura 1

$k_2$  = constante específica de velocidad de reacción a la temperatura 2

$k_1$  = constante específica de velocidad de reacción a la temperatura 1

R = constante universal de los gases (1.987 cal/mol/°K)

## CAPITULO IX

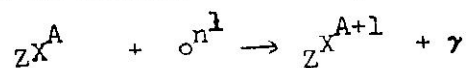
### ANALISIS POR ACTIVACION

El análisis por activación consiste en determinar la cantidad de un elemento presente en una muestra, sometiendo la misma a un bombardeo con proyectiles nucleares (generalmente neutrones) y midiendo la radiactividad inducida en un nucleido del elemento en cuestión. Esta actividad será una medida de la cantidad de elemento presente independientemente de su forma química.

Haciendo uso del análisis por activación se hace posible la determinación de trazas presentes en una proporción de partes por millón o aún de partes por billón. De aquí su importancia como un método analítico.

Aunque para el bombardeo con proyectiles nucleares puede utilizarse varias partículas como protones, deuterones, alfas, neutrones, etc., la discusión que sigue se aplica al uso de neutrones, siendo éste el tipo de análisis más corriente.

Al irradiar una muestra con neutrones, hay varias reacciones posibles de acuerdo a la energía de los mismos. Neutrones con energías de 0.025 ev., conocidos como neutrones termales interactúan con el núcleo blanco siendo absorbidos por éste de acuerdo con la siguiente reacción:



Si el nucleido original,  ${}_Z X^A$  no es radiactivo y el nucleido producido,  ${}_Z X^{A+1}$  resulta ser radiactivo nos referimos a la reacción como una de activación. Cada nucleido tiene una probabilidad característica para capturar neutrones termales lo cual se conoce como el área eficaz de blanco para neutrones termales. Esta probabilidad se expresa en barns, que resulta ser una unidad de área ( $1 \text{ barn} = 10^{-24} \text{ cm}^2$ ), es decir, se expresa en términos del área efectiva de blanco que ofrece el núcleo al proyectil.

La actividad inducida en la muestra dependerá de varios factores: cantidad del nucleido que se activa ( $N$ ), flujo de neutrones ( $\phi$ ), área eficaz de blanco ( $\sigma$ ),

y el tiempo de irradiación (t). Si N' representa el número de átomos radiactivos:

$$\begin{aligned} \frac{dN'}{dt} &= \text{producción} - \text{desintegración} \\ &= N\phi\sigma - N'\lambda \quad \text{donde } \lambda = \frac{0.693}{t_{1/2}} = \text{constante de} \\ & \hspace{15em} \text{desintegración del} \\ & \hspace{15em} \text{radioisótopo de} \\ & \hspace{15em} \text{interés producido.} \end{aligned}$$

Integrando:

$$\begin{aligned} \int_0^{N'} \frac{dN'}{N\phi\sigma - N'\lambda} &= \int_0^t dt \\ &= \left[ -\frac{1}{\lambda} \ln(N\phi\sigma - N'\lambda) \right]_0^{N'} = t - 0 \\ -\frac{1}{\lambda} \left( \frac{N\phi\sigma - N'\lambda}{N\phi\sigma} \right) &= t \end{aligned}$$

$$\frac{N\phi\sigma - N'\lambda}{N\phi\sigma} = e^{-\lambda t}$$

de donde

$$N' = \frac{-N\phi\sigma e^{-\lambda t} + N\phi\sigma}{\lambda} = \frac{N\phi\sigma (1 - e^{-\lambda t})}{\lambda} \quad (1)$$

la actividad neta producida al cabo de un tiempo de irradiación t será:

$$A = -\frac{dN'}{dt} = N'\lambda = N\phi\sigma (1 - e^{-\lambda t}) \quad (2)$$

Si la actividad de la muestra se mide algún tiempo después de finalizado el período de irradiación, ésta deberá ser corregida por media vida.

Si se desea conocer la cantidad de elemento activado (peso), la ecuación (2) puede modificarse en la siguiente forma:

$$\text{gramos del elemento X} = \frac{A}{\phi \sigma (1 - e^{-\lambda t})} \left[ \frac{M}{(6 \times 10^{23})} \right] \frac{1}{f} \quad (3)$$

donde  $A$  es la actividad total de la muestra,  
 $M$  es el peso atómico del elemento X y  $f$  es la  
abundancia isotópica del nucleido blanco

La determinación cuantitativa de un elemento mediante un análisis por activación puede llevarse a cabo por el método absoluto o por el método comparativo. Para el método absoluto debe conocerse con bastante precisión  $\phi$ ,  $\sigma$  y  $\lambda$ . Substituyendo estos valores y la actividad verdadera de la muestra irradiada en la ecuación(3) se puede calcular el peso del elemento en cuestión. En el método comparativo una cantidad conocida del elemento de interés (standard) se activa simultáneamente con la muestra desconocida bajo las mismas condiciones experimentales. Todos los factores de la ecuación(3) excepto la actividad y el peso son los mismos para la muestra y para el standard, por lo tanto, el cálculo se reduce a:

$$\frac{\text{gramos de X en la muestra}}{\text{gramos de X en el standard}} = \frac{\text{actividad de la muestra}}{\text{actividad del standard}}$$

Este es el método más comúnmente usado y permite una mayor exactitud ya que es independiente de la exactitud con que se conocen los valores de  $\phi$  y  $\sigma$ . Sin embargo hay que tener en cuenta el tamaño y la composición ( $\sigma$  de otros componentes presentes) de la muestra desconocida, ya que estos factores podrían atenuar el flujo de neutrones recibido por ésta, haciendo que el standard y la muestra no reciban el mismo flujo de neutrones.

Si se interesa identificar el elemento de interés será necesario conocer el período de semidesintegración, el tipo de emisión y su energía mediante métodos que han sido discutidos anteriormente en otros experimentos.

CAPITULO X  
DECONTAMINACION

Introducción

El riesgo de contaminación aunque siempre presente, se reduce grandemente mediante la práctica de las reglas de seguridad. Obviamente las variables envueltas en cada experimento, tales como cantidad de radiactividad usada, período de semidesintegración, tipo y energía de la emisión, actividad biológica, etc., sugerirán las precauciones adecuadas a cada caso. Así, por ejemplo, experimentos que requieren el uso de cantidades apreciables de radioisótopos de media vida larga, de alto riesgo biológico y que ofrezcan peligro de contaminar el aire, deben ser llevados a cabo en sistemas sellados al vacío o en "glove boxes". Por el contrario, si las condiciones anteriores no estuviesen presentes, y se tratase de un experimento llevado a cabo con poca frecuencia y donde el peligro de contaminación es pequeño, basta con que el área de trabajo tenga una ventilación adecuada, además claro está, de observar las precauciones de rutina como el uso de guantes, batas, bandejas cubiertas, etc.

A continuación se presentan algunas fuentes de contaminación:

1. reacciones químicas que envuelven la producción de un gas
2. evaporación de un líquido
3. aereación de un líquido
4. todo género<sup>4</sup> de transferencia de líquido
5. pulverización o manipulación de un sólido
6. adsorción en superficies

La toxicidad relativa de los radioisótopos es una función de su energía, su período de semidesintegración y su actividad biológica.



TABLA I

ACTIVIDAD RELATIVA DE RADIOISOTOPOS EN EL CUERPO HUMANO\*

Categoría del Riesgo	Nivel de Actividad			Contaminación máxima permisible**		
	Bajo	Inter-medio	Alto	mr/hr	mrad/hr	c/m
Clase I Riesgo Bajo						
Na <sup>24</sup> , K <sup>42</sup> , Mn <sup>52</sup> , Cu <sup>64</sup> , As <sup>76</sup> , As <sup>77</sup> , Kr <sup>85</sup> , Hg <sup>197</sup>	hasta 1 mc	1 a 50 mc	más de 50 mc	1.0	1.0	1000 <sup>†</sup>
Clase II Riesgo Moderado						
H <sup>3</sup> , C <sup>14</sup> , Na <sup>22</sup> , P <sup>32</sup> , S <sup>35</sup> , Cl <sup>36</sup> , Mn <sup>54</sup> , Co <sup>60</sup> , Sr <sup>89</sup> , Cb <sup>95</sup> , Ru <sup>103</sup> , Te <sup>127</sup> , Te <sup>129</sup> , I <sup>131</sup> , Cs <sup>137</sup> , Ba <sup>140</sup> , La <sup>140</sup> , Ce <sup>141</sup> , Pr <sup>143</sup> , Nd <sup>147</sup> , Au <sup>198</sup> , Au <sup>199</sup> , Hg <sup>203</sup> , 205	hasta 500mc	500 µc a 5 mc	más de 5 mc	1.0	1.0	1000 <sup>†</sup>
Clase III Riesgo Alto						
Ca <sup>45</sup> , Fe <sup>59</sup> , Sr <sup>90</sup> , Y <sup>91</sup> , Zr <sup>95</sup> , Ce <sup>144</sup> , Pm <sup>147</sup> , Bi <sup>210</sup>	hasta 50 µc	50 µc a 500 µc	más de 500 µc	0.1	0.1	100 <sup>†</sup>

\*Tabla 4, pág. VI-03, Health Physics Guide and Regulations, PRNC-2.

\*\*Los instrumentos de reconocimiento para beta y gama generalmente leen en mr/hr o c/m. Los instrumentos para beta y alfa generalmente leen en c/m ó en mrep/m, pero en la práctica para protección radiológica no se considera la diferencia entre rep y rad. El rad es la unidad oficial para dosis absorbida.

†Se asume 10% de contaminación alfa, beta o gama transferible. Estos valores se refieren únicamente a contaminación del cuerpo.

TABLA II

NIVELES MAXIMOS PERMISIBLES RECOMENDADOS PARA CONTAMINACION  
ALFA Y BETA-GAMA

Artículo contaminado	Alfa		Beta-Gama	
	Instrumento de reconocimiento*	Instrumento de reconocimiento**	Instrumento de reconocimiento*	Instrumento de reconocimiento**
Manos y cuerpo		150 c/m**		0.1 mr/hr. 700 c/m.
ropa protectora		150 c/m		0.7 mr/hr.
Superficies de laboratorio "calientes", áreas de alta radiación	< 10 c/m.	nada detectable	200 c/m.	2.5 mr/hr
Áreas "frías" - pisos, paredes, muebles, gabinetes	< 10 c/m.	nada detectable	50 c/m.	0.2 mr/hr
Cilindros para gas botellas para ácidos y otros recipientes grandes	< 10 c/m.	nada detectable	20 c/m.	nada detectable
Oficinas, salones para almorzar incluyendo oficinas usadas con este propósito	< 10 c/m.	nada detectable	20 c/m.	nada detectable
Instrumentos enviados a Radiofísica Sanitaria para su calibración	< 10 c/m.	nada detectable	50 c/m.	0.2 mr/hr 1000 c/m.
Interior de los zapatos (personales)	< 10 c/m.	300 c/m.***		0.5 mr/hr. 1000 c/m.***
Exterior de los zapatos (personales)	< 10 c/m.	300 c/m.***		0.6 mr/hr.*** 1000 c/m.
ropa (personal)		150 c/m.		0.2 mr/hr

(Continúa)

TABLA III

NIVELES MAXIMOS PERMISIBLES RECOMENDADOS PARA CONTAMINACION  
ALFA Y BETA-GAMA/

(Cont.)

Artículo contaminado	A l f a		Beta-gama	
	extendido*	Instrumento de reconocimiento**	extendido*	Instrumento de reconocimiento**
Interior de los zapatos (Centro Nuclear)	30 c/m.	300 c/m.		1.0 mr/hr.
Exterior de los zapatos (Centro Nuclear)		300 c/m.		2.5 mr/hr.
Recipientes de radioisótopos que salen fuera del Centro Nu- clear de P. R.	10 c/m.	nada detectable	50 c/m.	hasta 200 mr/hr.

\* Table 3, página, VI-02, Health Physics Guide and Regulations, PRNC-2.

\* extendidos - consiste en frotar un área de aproximadamente 100 pulgadas cuadradas con un papel de filtro de 2 pulgadas cuadradas. Los extendidos se cuentan en un contador proporcional de flujo con una geometría de 50% y una velocidad de recuento ambiental de 10 c/hr.

\*\* instrumentos de reconocimiento para alfas leen en c/m y para betas leen en c/m y mr/hr.

\*\*\* Se refiere aquí a alfa total. Se asume que el 10% es transferible. Si se sabe que el contaminante es transferible se usa 10 c/m. En el caso de beta-gama, este valor es de 1,000 c/m.

Métodos de Decontaminación

Los métodos de decontaminación se basan en procesos físicos o químicos. En la primera clasificación se incluyen métodos tales como el uso de abrasivos y de aspiradores provistos de filtros eficientes. Entre los procesos químicos se encuentran el uso de soluciones ácidas o básicas, de agentes acomplejantes, de materiales para intercambio iónico, etc.

Reccmendaciones básicas para decontaminación:

A. Decontaminación personal

1. Determinar el grado de contaminación con un instrumento de reconocimiento. Si el nivel de contaminación es bajo, la persona misma puede llevar a cabo la tarea de decontaminación. Si el caso requiere la ayuda de otras personas, éstas deberán guardar las precauciones necesarias para que la contaminación no se extienda.

2. Proceder a decontaminar el área afectada lo más rápido posible. Esto hará más fácil la decontaminación y reducirá al mínimo la exposición a la radiación.

3(a) Lavar el área afectada con agua tibia y un detergente durante dos o tres minutos. Secar bien con una toalla de papel. Investigar la contaminación con el mismo instrumento usado anteriormente. Si ésta se ha reducido, repetir este paso varias veces mientras se observe reducción en la contaminación y hasta que la misma caiga bajo el nivel máximo permisible. Si luego de dos lavadas consecutivas la contaminación permanece constante sin haber alcanzado el nivel permisible se procede de acuerdo al siguiente paso.

(b) Repetir el paso 3(a) usando un cepillo de los empleados en hospitales para lavar las manos, con cuidado de no aplicar tanta presión que las cerdas lastimen la piel. No se debe lavar más de tres veces, cada lavada de dos minutos. Si no se obtienen resultados satisfactorios proceder de acuerdo a 3(c) o 3(d).

(c) Humedecer la piel y aplicar cristales de ácido cítrico. Frotar durante 3 minutos. Si no se obtiene éxito proceder según paso 3(e).

(d) Si la contaminación ha sido con productos de fisión, usar bióxido de titanio en el paso 3(c) en vez de ácido cítrico. Se ha comprobado que el bióxido de titanio es satisfactorio para otros contaminantes además de los productos de fisión. Colocar en la palma de la mano suficiente cantidad

de bióxido de titanio para formar una pasta. Aplicar la pasta sobre el área afectada y frotar por dos minutos añadiendo pequeñas cantidades de agua para evitar que se seque. Enjuagar con agua tibia, si necesario usar cepillo, detergente y agua para remover la pasta totalmente. De no observarse reducción apreciable en la contaminación proceder con el paso 3(e).

(e) Aplicar una solución de permanganato de potasio en ácido sulfúrico (una solución fresca preparada con volúmenes iguales de una solución saturada de permanganato de potasio y una solución de ácido sulfúrico al 1%, 0.2N). Frotar con cepillo no más de dos minutos (exposición a la solución por más de dos minutos puede remover una capa de la piel). Enjuagar completamente con agua tibia. Este paso puede repetirse hasta tres veces. Cuando la decontaminación sea satisfactoria se lava el área con una solución fresca de bisulfito de sodio al 5% para quitar las manchas de permanganato. Finalmente, lavar con detergente y agua tibia, y secar bien con toalla de papel.

(f) Por último, aplicar lanolina o una crema de manos al área afectada para suavizar la piel.

4. Hacer uso de algodón absorbente para aplicar soluciones al cuello, cara y cabeza.

5. No usar ácido oxálico ni disolventes orgánicos para decontaminar.

6. Dirigirse inmediatamente a un médico y al oficial a cargo de protección radiológica en caso de que una persona reciba una herida o lesión trabajando con material radiactivo.

#### B. Decontaminación de Ropa

La ropa puede dividirse en tres grupos de acuerdo a la actividad registrada en un instrumento de reconocimiento, procediendo a su decontaminación según las siguientes recomendaciones:

Grupo I - Menos de 1000 cpm - Puede lavarse en la forma ordinaria

Grupo II - Hasta 10,000 cpm - Dos enjuagues con agua caliente, luego lavar con una solución caliente de ácido cítrico al 3%, enjuagar con agua caliente, lavar con detergente, enjuagar con agua caliente, lavar con solución de ácido cítrico al 1.5%, enjuagar tres veces con agua caliente, y finalmente enjuagar con agua fría. Puede usar almidón si se desea. Investigar con un instrumento de reconocimiento. Repetir si fuese necesario.

Grupo III - Más de 10,000 cpm - El procedimiento es similar al empleado en el Grupo II, pero en este caso al lavado debe llevarse a cabo separando los artículos más contaminados de aquellos menos contaminados. Investigar con un instrumento de reconocimiento y repetir el lavado de todos los artículos que no caigan dentro del Grupo I.

C. Decontaminación de Superficies de Laboratorios y Equipo

<u>Artículo</u>	<u>Decontaminante</u>
equipo de vidrio	1. solución lavadora de ácido crómico. 2. detergente y agua tibia.
porcelana vidriada	1. citrato de amonio, fosfato trisódico bifluoruro de amonio 2. igual al vidrio
acero inoxidable	1. igual al (2) para vidrio 2. Radiac wash 3. ácido nítrico diluído (10%) 4. solución al 10% de nitrato de sodio 5. ácido clorhídrico 6. Abrasivo húmedo
latón (brass)	1. igual al (2) para vidrio 2. Radiac wash 3. pulimento para latón 4. abrasivo húmedo
plástico	1. igual al (2) para vidrio 2. solución de citrato de amonio al 10% 3. solventes orgánicos 4. ácido nítrico o clorhídrico al 10%

pintura	<ol style="list-style-type: none"><li>1. igual al (2) para vidrio</li><li>2. solución de citrato de sodio al 10%</li><li>3. solventes orgánicos (trementina)</li><li>4. tetracloruro de carbono</li><li>5. soda o potasa caústica</li><li>6. abrasivo húmedo</li><li>7. pintura</li></ol>
madera	<ol style="list-style-type: none"><li>1. si está sin pintar o cubrir pero ha sido tratada para contrarrestar la porosidad, se cepilla guardándose las virutas</li><li>2. pintura</li></ol>
aluminio	<ol style="list-style-type: none"><li>1. igual al (2) para vidrio</li><li>2. Radiac wash</li><li>3. solución al 10% de ácido orgánico</li><li>4. ácido inorgánico débil</li></ol>
concreto y ladrillo	<ol style="list-style-type: none"><li>1. abrasivo húmedo</li><li>2. cincelar o remover por completo. En algunos casos éste es el mejor método.</li><li>3. pintura si la superficie es lisa</li></ol>
baldosa de asfalto	<ol style="list-style-type: none"><li>1. detergente y agua tibia</li><li>2. Radiac wash</li><li>3. ácido clorhídrico o nítrico al 10%</li><li>4. reemplazamiento</li></ol>
lindiec	<ol style="list-style-type: none"><li>1. igual al (2) para vidrio</li><li>2. tetracloruro de carbono</li><li>3. kerosina, ácidos minerales diluidos</li></ol>
baldosa de cerámica	<ol style="list-style-type: none"><li>1. ácidos minerales</li><li>2. citrato de amonio o fosfato trisódico</li></ol>
polvo derramado	<ol style="list-style-type: none"><li>1. aspirador de vacío provisto de filtros eficientes.</li></ol>

En general, pisos, superficies de mesas y otras superficies no deben nunca limpiarse con un paño seco, un cepillo u otro artículo de esta naturaleza. Siempre debe usarse un paño o toalla de papel húmeda o con aceite para evitar la contaminación del aire.

Los ácidos inorgánicos deben ser usados con mucho cuidado ya que los vapores pueden ser tóxicos y además existe la posibilidad de corrosión.

Los disolventes orgánicos también deben ser usados con mucha precaución pues muchos son tóxicos e inflamables.

En caso de que un artículo resista los procesos de decontaminación y por lo tanto no se logre bajar la contaminación a los niveles permisibles, si el contaminante es un emisor alfa de media vida corta, se puede dejar el artículo fuera de servicio el tiempo necesario para que la contaminación caiga dentro de los límites de seguridad. Si el emisor alfa es de media vida larga, y se trata de un equipo valioso, se puede cubrir la superficie con laca, barniz o pintura.



## REGLAS DEL LABORATORIO DE RADIOQUIMICA

El laboratorio de radioquímica es el salón G-4 en el Edificio Bio-Médico, el cual ha sido preparado para el trabajo químico con radioisótopos. Las siguientes reglas son mandatorias:

1. Todo estudiante deberá someter por escrito al Director de la División de Radioisótopos del Centro Nuclear de Puerto Rico un historial completo de exposición a radiaciones si esta exposición es mayor que la máxima permitida.

2. Se prohíbe terminantemente fumar, ingerir alimentos y usar cosméticos en el laboratorio de radioquímica.

3. Es imprescindible usar batas de laboratorio y guantes para trabajar con material radiactivo. En ningún momento deberá sacarse la bata ni los guantes fuera del laboratorio.

4. Los aspiradores deberán estar funcionando siempre. Si en algún momento es necesario desconectarlos, deberán bajarse antes las puertas de cristal.

5. No se permite trabajar sin usar un dosímetro.

6. Se prohíbe traer al laboratorio material que no se necesite específicamente para el trabajo de radioquímica.

7. Se prohíbe hacer trabajo que no requiera las facilidades del laboratorio de radioquímica.

8. Se prohíbe usar la boca para aplicar succión, independientemente de si la sustancia con la cual se trabaja es radiactiva o no.

9. Las sustancias radiactivas y todo material contaminado deben mantenerse siempre en el sitio asignado dentro del laboratorio.

10. La transferencia de material radiactivo deberá hacerse siguiendo las indicaciones específicas del instructor.

11. Los desperdicios líquidos activos se vaciarán en los vasos rotulados al efecto y nunca en el vertedero.

12. Los desperdicios sólidos activos deberán echarse en los zafacones rotu-  
lados al efecto, y nunca en los zafacones corrientes.

13. No se lavará en el vertedero nada que contenga actividad que sea regis-  
trada por un instrumento de reconocimiento.

14. Se debe tener especial cuidado en todo el trabajo, particularmente se  
debe evitar derramar líquidos. En caso que esto ocurra:

- a) el líquido deberá secarse con toallas de papel (Kleenex)
- b) todo material descartable contaminado deberá echarse en el  
zafacón de material activo.
- c) el área donde cayó el líquido deberá marcarse con un círculo  
a lápiz indicando además el tipo de contaminación (e.g. I-131)

15. Se debe hacer un reconocimiento con un instrumento apropiado tan pronto  
se sospeche que ha ocurrido contaminación personal. Reconocimientos de rutina  
deberán hacerse a intervalos.

16. Al terminar de trabajar es necesario lavarse las manos, primero enguan-  
tadas y luego desnudas. Antes de salir del laboratorio compruebe con un instru-  
mento apropiado si sus manos están o no contaminadas.

17. El instructor deberá ser notificado inmediatamente de cualquier conta-  
minación u otras emergencias.

## EXPERIMENTO NO. 1

### Determinación de las Características de Funcionamiento de los Detectores Geiger y Proporcional

#### Objetivos:

1. Determinar el efecto en la velocidad de recuento al variar el voltaje aplicado al detector.
2. Localizar la meseta del detector.
3. Seleccionar el voltaje de operación adecuado para el detector.
4. Demostrar las fluctuaciones estadísticas en la velocidad de recuento.

#### Procedimiento:

##### I. Localización de la meseta en el Contador Geiger.

1. Asegúrese que el control de alto voltaje está en la posición extrema izquierda. Cierre el interruptor de alto voltaje.
2. Coloque una muestra de la serie L en la posición apropiada. Ponga a funcionar el contador y aumente gradualmente el voltaje hasta que el instrumento empiece a registrar impulsos.
3. Determine la velocidad de recuento a distintos voltajes usando incrementos de 50 voltios.
4. Continúe la determinación hasta que la velocidad de recuento empiece a aumentar después de haberse mantenido aproximadamente constante a distintos voltajes.

¡Importante! No permita que la velocidad de recuento aumente más de un 10% sobre el valor correspondiente a la meseta; de aumentar sobre este valor el tubo Geiger corre el riesgo de dañarse.

##### II. Fluctuaciones Estadísticas

1. Coloque una muestra de la serie G en el contador Geiger.
2. Determine el número de cuentas registradas durante medio minuto (0.5 minuto).
3. Repita el paso anterior veinte veces.

##### III. Localización de la meseta en un Detector de Flujo Proporcional

1. Repita la parte I usando el detector de flujo proporcional. El instructor proveerá la muestra radiactiva necesaria para esta parte.

Experimento 1 - (Continuación)

Tratamiento de los datos experimentales

I. 1. Haga una gráfica en papel lineal representando la **velocidad de recuento** (cpm) en la ordenada y el voltaje aplicado en la **abscisa**.

2. En la curva obtenida localice:

voltaje arranque  
voltaje umbral  
meseta

3. Determine el largo de su meseta en voltios.

4. Calcule la pendiente de su meseta. Esta se define como el **cambio** en contaje (expresado en %) al elevarse el voltaje 100 voltios en la meseta, y puede calcularse usando la siguiente ecuación.

$$\% \text{ pendiente}/100 \text{ v} = \frac{2(\text{cpm}_2 - \text{cpm}_1) 10^4}{(\text{cpm}_2 + \text{cpm}_1)(V_2 - V_1)}$$

donde  $V_1$  = voltaje menor de la meseta

$V_2$  = voltaje mayor de la meseta

$\text{cpm}_1$  = cuentas por minuto con  $V_1$

$\text{cpm}_2$  = cuentas por minuto con  $V_2$

5. Determine el voltaje de operación del instrumento. Seleccione aquel voltaje que se obtiene sumando 75 voltios al voltaje umbral.

II. 1. Determine el promedio aritmético

2. Determine la desviación normal

3. Determine si el instrumento está funcionando bien a base del **Método** de Chi-Cuadrado.

III. 1. Determine el voltaje de operación del instrumento seleccionando el voltaje en el punto medio de la meseta.

2. Compare esta meseta con la meseta del Geiger.

## EXPERIMENTO NO. 2

### Rendimiento de Contaje en el Contador Geiger

#### Objetivos:

Estudiar algunos factores que afectan el contaje de una muestra:

1. Medir la contribución del ambiente a los impulsos registrados por el contador.
2. Determinar el efecto de la geometría del sistema sobre la velocidad de recuento (contaje).
3. Estudiar la relación entre el contaje y el espesor de la muestra, relación que resulta debido a auto-absorción por la muestra.
4. Estudiar la difusión de la radiación beta causada por el material que sirve de base a la muestra (retrodifusión) y señalar su importancia en medidas analíticas.
5. Mostrar que la energía de la radiación beta y el número atómico del material retrodifusor afectan la difusión de la radiación causada por el material que sirve de base a la muestra.

#### Procedimiento:

##### I. Ambiente

Ponga a trabajar el instrumento en su voltaje de operación por cinco (5) minutos sin muestra alguna, y calcule la velocidad de recuento en cpm.

##### II. Geometría del sistema

1. Coloque una muestra de la serie L en la posición superior del porta-muestras negro. Determine la velocidad de recuento en esa posición.
2. En la misma forma determine la velocidad de recuento para cada una de las otras posiciones.
3. Mida la distancia entre la ventana y cada una de las posiciones.

##### III. Autoabsorción

1. Determine el contaje de cada una de las muestras de una serie de Co-60.
2. Repita el paso anterior usando una serie de muestras de C-14. Ponga especial cuidado al manipular estas muestras ya que no están cubiertas.

##### IV. Retrodifusión

1. Determine el contaje de una muestra de la serie A. Estas muestras tienen como base una película de poliestireno de muy poco espesor y por lo tanto el efecto de esta base en reflejar las radiaciones es prácticamente nulo.

Experimento No. 2

2. Coloque detrás de la muestra las placas de distintos materiales y en cada caso determine el conteo. Use placas de los siguientes materiales (número atómico entre paréntesis): Al(13); Zn(30); Sn(50); Pb(82); vidrio

Tratamiento de los datos

- I. Reste la contribución ambiental en cpm a todas las lecturas de conteo hechas durante el día.
- II. Haga gráfica en papel lineal de conteo (cpm) vs. distancia (cm).
- III. 1. Haga una gráfica en papel lineal de conteo vs. peso de muestra para la serie de Co-60 y otra para la serie de C-14.  
2. Determine por la forma de la curva qué serie representa un sistema con la actividad total constante o una actividad específica constante.
- IV. 1. Calcule el porcentaje de aumento en conteo haciendo uso de la siguiente relación:

$$\% \text{ aumento} = \frac{(\text{cpm})_{\text{base metal}} - (\text{cpm})_{\text{poliestireno}}}{(\text{cpm})_{\text{poliestireno}}} \times 100$$

2. Haga una gráfica en papel lineal de % aumento vs. número atómico del metal.
3. Obtenga de la gráfica el número atómico que podría asignársele al vidrio usado en este experimento.
4. En su misma gráfica, represente la información de otro estudiante que haya usado un radioisótopo diferente al suyo. Compare y explique.

## EXPERIMENTO NO. 3

### Medidas con el Electroscopio Lansverk

#### Objetivo:

Estudiar el electroscopio como medio para indicar y medir radiactividad.

#### Procedimiento:

##### I. Efecto del medio ambiente..

1. Aisle todo material radiactivo.
2. Cargue el electroscopio.
3. Tome la lectura original y vuelva a tomar otra lectura al cabo de 10 minutos

##### II. Determinación de la linealidad de la escala del electroscopio. (Esta parte puede hacerse conjuntamente con la Parte III).

1. Cargue el electroscopio.
2. Coloque una muestra radiactiva a una distancia conocida del instrumento. El indicador del instrumento debe desplazarse 10 divisiones en la escala en un tiempo aproximado de 2 a 4 minutos.
3. Tome una lectura tan pronto coloque la muestra en la posición correspondiente y empiece a tomar el tiempo simultáneamente con esta primera lectura. Esta lectura corresponde al tiempo "cero"
4. Anote el tiempo cuando el indicador del electroscopio llegue a la división 10 de la escala, la división 20, y así sucesivamente hasta que llegue a la división 100.

##### III. Determinación de la sensibilidad del electroscopio

1. Cargue el electroscopio.
2. Coloque un standard radiactivo a una distancia d del electroscopio y determine el tiempo que tarda el indicador del instrumento en desplazarse a través de una sección relativamente amplia en la escala.

##### IV. Determinación de la actividad de una fuente radiactiva

1. Coloque la muestra de actividad desconocida (pero valor de G conocido) a una distancia d del electroscopio y proceda como en la Parte III.

##### V. Autoabsorción en muestra de emisión beta

1. Determine N para cada una de las muestras que componen las series de C-14 y Co-60, colocando cada muestra dentro de la cámara de ionización para hacer las medidas necesarias.

Experimento No. 3

VI. Absorción por material externo

1. Coloque la muestra más activa de la serie de Co-60 dentro de la cámara de ionización, y coloque la base plástica en forma de anillo alrededor de la muestra. Determine  $N$ .
- a. Coloque un absorbente de aluminio sobre la base plástica y determine  $N$ .
3. Repita el paso anterior usando absorbentes de aluminio de diferente espesor.

Tratamiento de los datos experimentales:

- I. La diferencia entre las dos lecturas corresponde al efecto del medioambiente durante los diez minutos.
- II. Lleve a gráfica número de divisiones contra tiempo en papel de gráfica lineal, representando el tiempo en la abscisa. La curva obtenida debe ser una línea recta si la escala resulta ser lineal en toda su extensión. Al usar el electroscoPIO para medir radiactividad deberá usarse aquella región de la escala que se ha comprobado ser lineal. Si en la medida se hacen lecturas en otras regiones de la escala, estas deberán corregirse de acuerdo con la curva obtenida.
- III. 1. Calcule  $N$  en div/min. para el standard.  
2. Calcule  $R$  en mr/hr para el standard usando la ecuación No. 1. El instructor le informará el valor de  $C$  para el standard, y el valor de  $G$  se encuentra en la pág. 3.  
3. Calcule la sensibilidad  $K$ , usando la ecuación No. 2.
- IV. 1. Calcule  $N$  para la substancia radiactiva de actividad desconocida.  
2. Calcule  $R$  substituyendo en la ecuación No. 2 el valor de  $K$  calculado anteriormente.  
3. Calcule  $C$  para el desconocido usando la ecuación No. 1. Refierase a la pág. 2 para el valor de  $G$  correspondiente al radioisótopo analizado.
- V. 1. Lleve a gráfica  $N$  vs peso de muestra en papel de gráfica lineal.  
2. Compare las formas de las curvas con las curvas obtenidas con las mismas series en el Contador Geiger (Exp. 2).
- VI. 1. Represente los datos experimentales en papel lineal y semilogarítmico. Al usar papel semilogarítmico  $N$  deberá representarse en la escala semilogarítmica.



## EXPERIMENTO NUM. 4

### PREPARACION DE MUESTRAS SOLIDAS DE SUBSTANCIAS RADIATIVAS

#### Objetivos:

1. Familiarizarse con varias de las técnicas generales de preparar muestras sólidas de sustancias radiactivas.

#### Procedimiento:

##### PARTE I - Electrodeposición

Prepare dos muestras en la siguiente forma:

1. Lave dos discos de cobre, primero en éter de petróleo, luego en una solución de ácidos nítrico y sulfúrico y por último en agua destilada.
2. Monte la celda en la misma forma que una previamente montada por el instructor.
3. Añada como 10 mls de agua a la celda y espere unos minutos para asegurarse de que la celda no tiene escape. Descarte el agua.
4. Añada 10 mls de la solución radiactiva de cobalto, conecte el agitador, ajustando su velocidad a un valor conveniente.
5. Ajuste la corriente a 100 miliamperios (el voltaje del transformador debe estar ajustado a 6 voltios) y electrodeposite por 10 minutos exactos.
6. Si es necesario alterar los controles del circuito para corregir la corriente deseada, descarte la solución después de regulado el sistema e inicie la electrodeposición con solución fresca.
7. Al terminar la electrodeposición descarte la solución rápidamente, enjuague la celda con agua, desármela y seque el disco de cobre con papel absorbente.
8. Monte los discos en las bases de aluminio para colocar las muestras.

9. Cuente las muestras en el contador Geiger. Si el conteaje es menor de 1000 cuentas por minuto, cuente por más tiempo hasta acumular alrededor de 1000 cuentas.

#### PARTE II - Precipitación y filtración.

Prepare dos muestras en la siguiente forma:

1. En un vaso de 50 mls. mezcle 1 ml de la solución de sulfato sódico marcado con S-35, con 4 o 5 mls. de alcohol etílico al 50%.
2. Caliente el sistema hasta que observe salir vapor de la solución; no permita que ésta hierva.
3. Añada 2 mls de hidrocloruro de benzidina para precipitar el sulfato de benzidina. Agite y deje enfriar el sistema hasta temperatura ambiental.
4. Transfiera el precipitado cuantitativamente al filtro, lavando con alcohol etílico al 95%. Tenga la precaución de no abrir la succión hasta transferir el precipitado, de lo contrario el depósito no será uniforme.
5. Seque ambas muestras bajo la lámpara dentro de las cápsulas de aluminio.
6. Monte las cápsulas sobre las bases de aluminio y cuente en un contador Geiger.

#### PARTE III - Evaporación de solución

1. Transfiera 25 lambdas de la solución de I-131 a cada una de tres bases de poliestireno montadas en soporte de aluminio.
2. Seque las muestras bajo la lámpara.
3. Cubra las muestras con celofán.
4. Cuente las muestras en el Contador Geiger

#### Tratamiento de los datos:\*

Para cada grupo de muestras determine,

1. El promedio aritmético,  $\bar{X}$
2. La desviación standard del promedio,  $s = \sqrt{\bar{X}}$

3. el intervalo  $\bar{X} \pm 2S$ ; si sus contajes caen dentro de este intervalo, las diferencias observadas entre ellos no son significativas;
4. la desviación standard de la diferencia,

$$s_{1-2} = \sqrt{s_1^2 + s_2^2} = \sqrt{c_1 + c_2}$$

donde  $c_1$  y  $c_2$  son los contajes obtenidos para muestras duplicadas.

(Partes I y II, Exp. 4)

5. el valor de  $z = \frac{c_1 - c_2}{s_{1-2}}$ ; si  $z \geq 1.96$  la diferencia entre los duplicados es significativa al 5%.

---

\*Vea Caps. IX y X, Vol. II, Manual de Conferencias.

## EXPERIMENTO NO. 5

### DETERMINACION DEL PERIODO DE SEMIDESINTEGRACION DE I-131

#### Objetivos:

1. Determinar el período de semidesintegración de un radionucleido de media vida relativamente corta.
2. Familiarizarse con el uso de una referencia para normalizar contajes.

#### Procedimiento:

1. Determine el contaje ambiental.
2. Cuente la muestra de I-131 en un Contador Geiger.
3. En forma similar cuente la muestra de referencia a usarse, RaDEF.
4. Anote la fecha en que hizo estas medidas.
5. Repita los pasos del 1 al 4 diariamente por un período de dos o tres semanas, usando siempre las mismas muestras y las mismas condiciones instrumentales.

#### Tratamiento de los datos experimentales:

1. Corrija todos los contajes por efecto ambiental.
2. Determine el promedio y la raíz cuadrada del promedio (S) de los contajes de la referencia.
3. Corrija todos los contajes de la muestra de I-131 que correspondan a contajes de la referencia que exhiben una desviación mayor de  $2S$  con respecto al promedio, según está explicado en la página 8 Cap. II, Manual de Laboratorio.
4. Lleve a gráfica cpm de I-131 vs. tiempo transcurrido en papel semi-logarítmico, representando los contajes en el eje logarítmico. Expresé el tiempo en días, tomando como tiempo cero el día que comenzó la determinación.
5. De la gráfica deduzca el intervalo de tiempo (días) necesario para reducir cualquier contaje a la mitad de su valor. Este es la media vida de I-131.

## EXPERIMENTO NO. 6

### ANALISIS FEATHER

#### Objetivo:

Determinar el alcance máximo o la energía máxima de un emisor beta por el método de Feather.

#### Procedimiento:

1. Determine el contaje ambiental.
2. Coloque la muestra del emisor beta desconocido en la segunda posición del contador Geiger, y el anillo plástico que se encuentra en la caja de absorbentes de aluminio, en la primera posición. Cuente la muestra por un minuto.
3. Repita el paso anterior usando absorbentes de aluminio de diferente espesor, pasando en orden desde los más finos hasta los más gruesos, sin mover la muestra de su posición original. Continúe las determinaciones de contaje hasta llegar al doble del contaje ambiental o hasta llegar a un contaje que se mantenga más o menos constante.
4. Repita los pasos 2 y 3, usando la muestra de referencia (RADEF). En este caso, continúe las determinaciones de contajes hasta llegar al doble del contaje ambiental.

#### Tratamiento de los datos experimentales.

1. Corrija cada uno de los contajes obtenidos por efecto ambiental.
2. Determine la corrección debido a absorción por cubierta de la muestra, columna de aire entre muestra y detector, y ventana de detector.
  - a) Mida la distancia entre la muestra y el detector en cm.  
Multiplique la distancia por la densidad de aire a condiciones de salón ( $1.2 \text{ mg/cm}^3$ )
  - b) La cubierta de la muestra es de celofán y tiene una densidad-espesor de  $3.1 \text{ mg/cm}^2$ . Para cualquier otro material de densidad-

espesor desconocida, pese un pedacito del material de área conocida y determine el peso por unidad de área.

- c) La densidad-espesor de la ventana del detector se lo proveerá el instructor. Este dato aparece identificado en cada tubo detector
- d) Sume los valores hallados en a, b y c. Esta es la corrección por ventana, cubierta y aire que deberá sumar a cada uno de los espesores de los absorbentes de aluminio usados. Esta suma representa en cada caso la densidad espesor total correspondiente a todo el material externo a la muestra.
3. Curva de transmisión para RaDEF - Lleve a gráfica cpm vs. densidad-espesor total en papel semilogarítmico, representando los contajes en el eje logarítmico.
4. Determinación de  $A_0$  para RaDEF - Extrapole a absorbente total cero siguiendo la porción recta de la curva de transmisión entre 15 y 25 mg/cm<sup>2</sup>.
5. Obtenga de la curva de transmisión de RaDEF, el contaje que corresponde a cada fracción (0.1, 0.2, 0.3, etc.) del alcance máximo de RaDEF cuyo valor es 475 mg/cm<sup>2</sup>. Estos contajes serán identificados como  $A_1, A_2, A_3$ , etc.
6. Coeficiente de transmisión (C.T.) - Divida cada uno de los contajes obtenidos en el paso anterior entre el contaje con absorbente total cero; esto es,  $(C.T.)_1 = \frac{A_1}{A_0}$ ,  $(C.T.)_2 = \frac{A_2}{A_0}$ , etc.
7. Curva de transmisión para el emisor beta desconocido - Prepare la gráfica en forma similar a la de RaDEF (Paso Núm. 3).
- a) Si su desconocido es un emisor  $\beta$ - $\gamma$  (se observa una constancia en el contaje al final de la curva) debe restar la contribución gama antes de seguir adelante (pág. 21, Cap. IV, Manual de Laboratorio).

- b) Si la curva de transmisión del desconocido exhibe uno o más puntos de inflexión resuélvala en sus componentes (pp. 22-23, Cap. IV, Manual de Laboratorio) y considere cada uno de ellos por separado.
8. Determinación de  $A_0$  para el desconocido - Extrapole a absorbente total cero siguiendo la tendencia normal que lleva la curva.
  9. Multiplique cada coeficiente de transmisión hallado en el paso 6 por el  $A_0$  del desconocido; ésto le dará una serie de contajes,  $A_1, A_2, A_3$ , etc. para el desconocido.
  10. Obtenga de la curva de transmisión del desconocido la densidad-espesor correspondiente a cada uno de los contajes calculados en el paso anterior. Estas son las fracciones del alcance máximo del desconocido;  $0.1R, 0.2R, 0.3R$ , etc.
  11. Divida cada una de las fracciones de alcance entre la fracción correspondiente, lo cual resultará en una serie de valores para el alcance máximo ( $R$ ) del emisor beta desconocido.
  12. Lleve a gráfica en papel lineal  $R$  vs. fracción correspondiente ( $0.1, 0.2, 0.3$ , etc.). Extrapole a unidad siguiendo la tendencia normal de la curva, éste será el valor más confiable para el alcance máximo.
  13. Determine la energía máxima del desconocido. Si el alcance máximo es menor de  $300 \text{ mg/cm}^2$  use la gráfica de energía vs. alcance, Apéndice I. Si el alcance es mayor de  $300 \text{ mg/cm}^2$  use la siguiente relación:  
$$R = 0.543 E - 0.133 \quad (R \text{ en } \text{g/cm}^2 \text{ y } E \text{ en Mev})$$
  14. Recopilación de datos:

Experimento No. 6

- 4 -

Recopilación de datos

Referencia: \_\_\_\_\_

Desconocido: \_\_\_\_\_

Alcance máximo: \_\_\_\_\_

Alcance máximo: \_\_\_\_\_

$A_0$ : \_\_\_\_\_

$A_0$ : \_\_\_\_\_

Fracción de alcances	$A_i$ (cpm)	cpm	factor de trans ( $A_i/A_0$ )	cpm (C.T. x $A_0$ )	fracción de alcances mg/cm <sup>2</sup>	alcance calculado (mg/cm <sup>2</sup> )
0.1	47	$A_1$				
0.2		$A_2$				
0.3		$A_3$				
0.4		$A_4$				
0.5		$A_5$				
0.6		$A_6$				
0.7		$A_7$				



## EXPERIMENTO NO. 7

### DETERMINACION DEL ESPESOR HEMIREDUCTOR DE UN EMISOR GAMA

#### Objetivos:

1. Determinar el espesor hemireductor de Co-60.
2. Familiarizarse con un método de determinar aproximadamente la energía de una emisión gama.

#### Procedimiento:

1. Coloque el absorbente de plomo más fino en la primera posición del contador Geiger y luego la muestra de Co-60, serie G, en la segunda posición. Cuente la muestra por un minuto.
2. Repita usando absorbentes de plomo de espesores mayores, sin mover la muestra de Co-60 de su posición.
3. Cuente cada uno de los absorbentes de plomo (sin la muestra) para evaluar en cada caso el efecto ambiental.

#### Tratamiento de los datos experimentales:

1. Corrija cada uno de los contajes por efecto ambiental.
2. Lleve a gráfica en papel semilogarítmico cpm vs. espesor de absorbentes de plomo en 16 avos de pulgada, representando el contaje en el eje logarítmico.
3. Dibuje la mejor línea recta entre los puntos experimentales.
4. De la línea obtenida, determine el espesor de plomo que reduce un valor cualquiera del contaje a la mitad. Este es el espesor hemireductor.
5. Represente el espesor hemireductor en  $\text{g}/\text{cm}^2$ . La densidad de plomo es  $11.3 \text{ g}/\text{cm}^3$ .
6. Determine la energía de la emisión gama de la muestra de Co-60 usando el valor obtenido para el espesor hemireductor y la gráfica de energía vs. espesor hemireductor, Apéndice II.

## EXPERIMENTO NO. 8

### MEDIDAS DE EMISION GAMA (El Espectrográmometro)

#### Objetivos:

1. Familiarizarse con el espectrográmometro monocanal.
2. Estudiar espectros de absorción gama.
3. Determinar energías de emisiones gama.

#### Procedimiento:

##### PARTE I - Calibración del instrumento

1. Asegúrese de que el instrumento ha estado prendido por lo menos una hora antes de empezar a trabajar, para dar oportunidad a que los voltajes y la temperatura de los tubos se estabilicen.
2. Ponga a trabajar el instrumento en el voltaje de operación recomendado.
3. Coloque la referencia de energía mayor, Zn <sup>65</sup>, en el pozo del detector.
4. Regule los controles del instrumento de tal suerte que la velocidad de recuento máxima (máximo del fotopico) corresponda a un umbral de 560 aproximadamente. La forma de regular el instrumento es la siguiente.
  - a). Ajuste el ancho de ventana a un valor de 100 y el umbral a un valor de 560.
  - b) Coloque los controles de la ganancia (fino y grueso) en sus valores mínimos.
  - c) Ponga a contar el instrumento por tres o cuatro minutos, tiempo suficiente para hacer la siguiente regulación de la ganancia: Varíe el control fino de la ganancia desde el valor mínimo hasta el máximo observando la rapidez de recuento. Si necesario repita esta operación para las otras posiciones del control grueso hasta observar el primer máximo en la rapidez de recuento.

La llegada a ese máximo determina las posiciones convenientes de los controles de la ganancia. Estas posiciones no deberán alterarse durante el resto de la determinación.

5. Cuente la muestra de Zn-65 por un minuto a distintos umbrales cubriendo solamente la región del fotopico. Varíe el umbral por incrementos de 10 unidades en determinaciones consecutivas ya que en este instrumento 10 unidades de umbral corresponden a 100 unidades de ventana.
6. Coloque la referencia de energía menor, Cs-137, en el pozo del detector.
7. Ponga a contar el instrumento por varios minutos, y localice el fotopico de Cesio observando la rapidez de recuento al mismo tiempo que disminuye el valor del umbral.
8. Determine el espectro de Cs-137 en la región del fotopico únicamente sin alterar la regulación del instrumento en cuanto a ganancia y voltaje.

#### PARTE II - Determinación de la (S) energía (s) gama de una muestra desconocida

Coloque la muestra desconocida en el pozo del detector y determine su espectro gama completo, empezando con umbral cero y usando incrementos de 10 unidades en el valor del umbral en determinaciones consecutivas.

#### Tratamiento de los datos experimentales:

1. Represente los datos obtenidos para Zn<sup>65</sup> en papel semilogarítmico, indicando los contajes en el eje logarítmico y el umbral en el eje lineal. Determine el umbral que corresponde al máximo en el fotopico.
2. Repita el paso anterior usando los datos obtenidos para Cs-137

3. Gráfica de calibración - lleve a gráfica en papel lineal el umbral obtenido en cada caso vs. la energía correspondiente a la emisión.

Energía  $\gamma$  de Cs-137 = 0.67 Mev

Energía  $\gamma$  de Zn-65 = 0.12 Mev

4. Espectro gama de la muestra desconocida - lleve a gráfica cpm vs. umbral en papel semilogarítmico representando el conteo en el eje logarítmico.
5. Determine de la gráfica anterior el valor del umbral que corresponde al máximo en cada fotopico presente.
6. Determine la energía de cada emisión (fotopico) usando la gráfica de calibración.

## EXPERIMENTO NUM. 9

### VALORACION DE UNA SOLUCION DE I-131

#### Objetivos:

1. Familiarizarse con las precauciones a observarse al trabajar con una fuente radiactiva de rayos gama de actividad relativamente alta.
2. Calcular y llevar a cabo la dilución apropiada de una solución radiactiva para obtener una muestra que de un contaje conveniente en determinado instrumento.
3. Ilustrar el uso de patrones de referencia.
4. Determinar el rendimiento de contaje de una muestra en un contador Geiger en determinadas ocasiones.
5. Valorar una solución de I-131 por un método secundario.

#### Procedimiento:

1. Calcule el factor de dilución necesario para que 25 $\lambda$  de la solución final, con la cual va a preparar las muestras, tengan una velocidad de recuento de aproximadamente 10,000 cpm. Asuma que el detector Geiger tiene una eficiencia de 3% para el contaje de betas.
2. Diluya la solución de acuerdo a sus cálculos, usando solución diluyente para iodo.
3. Prepare sobre poliestireno tres muestras similares de 25 $\lambda$  usando la solución diluída final. Seque y cubra las muestras con celofán.
4. Cuente las muestras en un contador Geiger.
5. Tome un promedio de las tres lecturas y seleccione aquella muestra que más se acerque al valor promedio.
6. Con esta muestra haga un estudio de transmisión usando absorbentes de aluminio. Continúe la determinación hasta que el contaje sea aproximadamente un 10% del valor original.

7. Repita el estudio de transmisión usando una muestra valorada de RaDEF, el patrón de referencia.

Tratamiento de los datos:

1. Curva de Transmisión - lleve a gráfica cpm vs densidad-espesor de absorbentes de aluminio en papel similogarítmico, indicando los contajes en el eje logarítmico.
2. Corrección para Absorción debido a Material Externo. Determine la densidad-espesor total entre muestra y detector (cubierta de la muestra, columna de aire y ventana de detector).
3. Determinación de  $A_0$  - En el caso de I-131, extrapole a absorbente cero siguiendo la tendencia normal de la curva. En el caso de RaDEF, extrapole siguiendo la porción recta de la curva entre 5 y 15 mg/cm<sup>2</sup> de absorbente añadido.
4. Rendimiento de contaje - Calcule para RaDEF la razón entre la actividad aparente ( $A_0$ ) y la actividad verdadera. Esto corresponde a la eficiencia global del sistema a las condiciones bajo las cuales se está haciendo la comparación.
5. Actividad específica de la solución final de I-131 - Haciendo uso del rendimiento de contaje, calcule la actividad de la muestra de I-131. Divida ese valor por el volumen de solución usado (25 $\lambda$ ).
6. Actividad específica de la solución original de I-131 - Multiplique por el factor de dilución el valor hallado en el paso anterior.
7. Actividad específica de la solución original a las 8:00 A.M. del día en que se hizo el embarque - Haga corrección por el decaimiento del I-131 debido al tiempo transcurrido entre la fecha del embarque y la fecha de la valoración, haciendo uso de la siguiente fórmula:

$$A_f = A_0 e^{-\frac{0.693t}{t_{1/2}}}$$

EXPERIMENTO NUM. 10

VALORACION DE UNA SOLUCION DE C-14

Objetivos:

1. Estudiar los problemas relacionados con la valoración de Carbono-14.
2. Ilustrar la corrección de medidas experimentales por autoabsorción.
3. Determinar la actividad específica de una solución de Carbono-14, usando una referencia del mismo radioisótopo.

Procedimiento:

1. Seque las dos hojas de papel de filtro, cada una dentro de una cápsula de aluminio y luego péselas a décimas de miligramo.
2. Añada de 1 a 2 ml. de una solución de  $BaCl_2$  a 1 ml de la solución carbonatada de actividad conocida en un vaso pequeño. Agite y filtre el sistema recogiendo cuantitativamente el precipitado en uno de los filtros previamente pesados.
3. Repita el paso anterior usando la solución carbonatada de actividad desconocida. Deje el precipitado en contacto con la solución aproximadamente el mismo tiempo que en la primera precipitación.
4. Coloque los dos filtros con los precipitados (dentro de las cápsulas de aluminio) bajo la lámpara a una distancia conveniente para que éstos se sequen lentamente.
5. Pese ambas muestras (dentro de las cápsulas de aluminio) a décimas de miligramo.
6. Vuelva a secar y a pesar las muestras hasta que su peso sea constante (+ 0.1 mg.).
7. Monte las cápsulas sobre soportes de aluminio y cuente las muestras bajo condiciones similares en un detector Geiger.
8. Corrija en ambos casos el contaje por el efecto de autoabsorción

haciendo uso de la curva correspondiente al sistema usado para contar.

9. Calcule la actividad específica de la solución desconocida en micro-curios/ml.

Tratamiento de los datos:

1. Corrección por autoabsorción. - Vea pág.
2. Actividad específica de la solución desconocida de Carbono-14. Puede calcularse de la siguiente relación:

$$A_{\text{desc.}} = A_{\text{referencia}} \times \frac{(\text{contaje corregido})_{\text{desc.}}}{(\text{contaje corregido})_{\text{referencia}}}$$



## EXPERIMENTO NUM. 11

### MÉTODOS DE SEPARACIÓN QUÍMICA

#### Objetivos:

1. Estudiar varios métodos de separación química.
  - a) intercambio iónico
  - b) coprecipitación
  - c) extracción
2. Determinar la efectividad de la separación en cada uno de los casos estudiados.

#### Procedimiento:

##### PARTE A - Separación de níquel y cobalto por intercambio iónico.

1. Suspenda la resina en agua destilada y transfiera a una columna apropiada.

La columna debe tener un pedazo pequeño de algodón o de lana de vidrio en la parte inferior para impedir la salida de la resina. No llene la columna a capacidad, sino hasta  $3/4$  de su volumen. Cúidese de que no quede aire atrapado.
2. Si la resina no ha sido tratada con HCl, pase la columna varios mililitros de HCl, 10M, y descarte el efluente.
3. Con un gotero capilar remueva la solución que pueda quedar sobre la resina.
4. Añada 25  $\lambda$  de la solución a analizar directamente sobre la resina.
5. Eluya con HCl, 10M, gota a gota, y pruebe el efluente para la presencia de níquel en la forma siguiente: Recoja cada gota del efluente en un "spot plate" con depresiones numeradas y añada a cada muestra dos gotas de dimetilglioxima y 5 gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado. Observe en qué depresiones se obtiene una prueba positiva para níquel. Continúe eluyendo hasta que la gota de efluente de una prueba negativa para níquel.
6. Con un gotero capilar remueva la solución que pueda quedar sobre la resina.
7. Eluya el cobalto con agua. Recoja cada gota del efluente en un cristal de reloj distinto y numerado que ha sido contado previamente en un Contador Geiger. Seque las muestras bajo la lámpara y cuente en el mismo contador.

## PARTE B - Coprecipitación y extracción

1. Cuente cada una de las cápsulas de vidrio a usarse en un Contador Geiger primero sin absorbente y luego con un absorbente de Al de  $30 \pm 5 \text{ mg/cm}^2$ . Esta será su corrección por efecto ambiental.
2. Transfiera 500 lambdas de una solución de S-35 y P-32 a una cápsula de vidrio y seque esta muestra bajo la lámpara. Esta muestra será usada como referencia de la cantidad total de S-35 y P-32 presente en 500 lambdas de la solución.
3. Transfiera 500 lambdas de la solución de S-35 y P-32 a un tubo de centrífuga de 15 ml. Esta es la muestra donde se va a efectuar la separación.
4. Añada a la solución en el tubo de centrífuga una gota de  $\text{FeCl}_3$ .
5. Añada a este sistema suficiente  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado para precipitar todo el  $\text{Fe}^{+3}$  como  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Agite por varios minutos y centrifugue.
6. Con la ayuda de un gotero capilar transfiera el líquido sobre el precipitado a otro tubo de centrífuga. Lave el precipitado con dos o tres gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , centrifugue y transfiera el líquido sobre el precipitado al mismo tubo de centrífuga que ya contiene el primer líquido removido.
7. Añada a esta solución una gota de  $\text{FeCl}_3$  y precipite  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  añadiendo  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Agite por varios minutos y centrifugue.
8. Repita el paso número 6 pero transfiriendo el líquido sobre el precipitado antes y después de lavar a una cápsula de vidrio. Este es el líquido I. Seque bajo la lámpara.
9. Disuelva los dos precipitados de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  en una cantidad mínima de  $\text{HCl}$  10M, combine las dos soluciones y añada suficiente  $\text{NH}_4\text{OH}$  concentrado para reprecipitar todo.
10. Transfiera el líquido sobre el precipitado a una cápsula de vidrio y seque bajo la lámpara. Este es el líquido II.
1. Disuelva el precipitado de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  en 500 lambdas de  $\text{HCl}$  10M, y añada al

sistema 500 lambdas de éter isopropílico saturado con HCL. Agite bien y espere a que las dos capas inmiscibles se separen. Transfiera la capa de éter a una cápsula de vidrio. Efectúe un total de tres extracciones con éter combinando las porciones de éter en la misma cápsula de vidrio. Seque la muestra que corresponde a la capa de éter.

12. Transfiera la capa de agua a una cápsula de vidrio y seque.
13. Cuente todas las muestras: referencia, líquido I, líquido II, capa de éter y capa de agua en un contador Geiger, primero sin absorbente y luego con un absorbente de aluminio de  $30 \pm 5 \text{ mg/cm}^2$ .

#### Tratamiento de los datos:

##### Parte A

Corrija cada uno de los contajes por recuento ambiental y lleve a gráfica contaje contra número de gota en papel lineal.

##### Parte B

El contaje sin absorbente representa el contenido de azufre y fósforo; y el contaje con el absorbente de  $30 \text{ mg/cm}^2$  representa el contenido de fósforo de cada muestra.

Recopile los datos en la tabla adjunta y haga el balance de acuerdo con la referencia, después de haber corregido cada contaje por el recuento ambiental.

#### Recopilación de datos y balance

Referencia: c/min sin filtro ----- = P-32 más S-35  
 c/min con filtro ----- = 100% P-32  
 diferencia ----- = 100% S-35

	c/min P-32 + S-35	c/min P-32	% P-32 recobrado	c/min S-35	% S-35 recobrado
Líquido I	:	:	:	:	:
Líquido II	:	:	:	:	:
Capa de eter	:	:	:	:	:
Capa de agua	:	:	:	:	:
Suma	:	:	:	:	:

## EXPERIMENTO NUM. 12

### DILUCION ISOTOPICA

#### Objetivo:

Ilustrar los principios del método de análisis cuantitativo llamado dilución isotópica.

#### Procedimiento:

1) Marque debidamente dos receptáculos de metal, péselos a décimas de miligramo, y cuéntelos en un contador Geiger usando un absorbente de Al de  $300 \text{ mg/cm}^2$  aproximadamente (contaje ambiental).

2) Transfiera 1 ml de la solución de hierro radiactivo ("spike", concentración total de Fe conocida) y 5 ml de agua a un tubo de centrífuga de 15 ml.

3) Transfiera 1 ml de la solución de hierro a analizar (concentración total de Fe desconocida), 0.200 ml de la solución de hierro radiactivo ("spike") y 5 ml de agua a otro tubo de centrífuga de 15 ml.

4) Añada a cada tubo de centrífuga  $\text{NH}_4\text{OH}$  6M gota a gota, agitando y dejando asentar el sistema entre gota y gota hasta que la adición de una gota no produzca más precipitado, asegurando así una precipitación completa del hierro. Centrifugue y descarte el líquido.

5) Lave cada precipitado con 5 ml de agua a los cuales se ha añadido de 1 a 2 gotas de  $\text{NH}_4\text{OH}$ . Centrifugue y descarte el líquido de lavado.

6) Transfiera la mayor parte de cada precipitado a los dos receptáculos de metal previamente pesados.

7) Seque extensamente los precipitados bajo la lámpara. No acerque la lámpara demasiado al sólido para evitar que partículas de éste salten fuera del receptáculo.

8) Pese cada sistema a décimas de miligramos y repita los pasos 7 y 8 hasta llevar cada sistema a peso constante (diferencia máxima de 0.2 mg entre dos pesadas sucesivas).

9) Cuento cada muestra en el detector Geiger con el mismo absorbente de Al usado en la determinación del contaje ambiental.

Tratamiento de los datos:

1. Calcule la actividad específica de cada muestra en cpm/mg de ppt.
2. Calcule la concentración de hierro en la solución analizada expresando el resultado en mg Fe/ml usando la fórmula:

$$\left( \frac{S_o}{S} - 1 \right) \frac{C_o V_o}{V} = C$$

donde:

$S_o$  = actividad específica de solución conocida ("spike")

$S$  = actividad específica de solución desconocida

$C_o$  = concentración en mg/ml de solución conocida ("spike")

$V_o$  = volumen de "spike" = 0.200 ml

$V$  = volumen de solución desconocida = 1 ml

$C$  = concentración en mg/ml de solución desconocida

## EXPERIMENTO NUM. 15

### USO DE INTERCAMBIO DE ISOTOPOS EN ESTUDIOS CINETICOS

#### Objetivos:

1. Demostrar la existencia de reacciones de intercambio
2. Ilustrar el uso de un radionucleido en la determinación de mecanismo y rapidez de una reacción.
3. Estudiar el intercambio del ión yoduro ( $I-131$ ) con el yodo en yoduro de butilo normal.

#### Procedimiento:

1. Rotule debidamente cada receptáculo plástico  $A_1, A_2, A_3 \dots$  etc. para las muestras de la capa acuosa;  $B_1, B_2, B_3 \dots$  etc. para las muestras de la capa orgánica (benceno).
2. Cuente en un Contador Geiger cada uno de los receptáculos plásticos interponiendo entre éste y el detector un absorbente de Al de  $600 \text{ mg/cm}^2$  aproximadamente.
3. Coloque el frasco con NaI (0.08 M en acetona), y el frasco con n-BuI (n-C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>I 0.08 M en acetona), en el baño a temperatura constante.
4. Coloque también en el baño el matraz aforado de 5 ml (vacío).
5. Coloque cinco matraces aforados de 2 ml en un vaso con hielo y añada a cada uno, 1 ml de NaI (0.08 M acuoso) y 1 ml de benceno.
6. Cuando las soluciones estén a la temperatura del baño, añada al matraz de 5 ml que se colocó en el baño los siguientes reactivos: 1 ml de NaI en acetona; 1.1 ml de n-BuI y 100 $\lambda$  de solución de I-131 (NaI\*). Comience a tomar el tiempo al añadir el tercer reactivo. Este es el comienzo de la reacción de intercambio. Agite el sistema (por rotación) durante un minuto más o menos.
7. Tome un total de 5 muestras del sistema, anotando el tiempo en que

toma cada una de ellas. La primera muestra se tomará inmediatamente que el sistema esté preparado, y las muestras sucesivas a iguales intervalos de tiempo (5 minutos para el experimento a temperatura más alta y 15 minutos para el experimento a temperatura más baja). Se trabajará con cada muestra en igual forma, según se explica a continuación.

8. Transfiera 100% del sistema de la reacción a uno de los matraces aforados de 2 ml en el vaso con hielo y agite por uno o dos minutos. Dé oportunidad, sin perturbar el sistema, a que ocurra una buena separación entre las dos capas.
9. Transfiera 500% de la capa de benceno al receptáculo plástico y tape éste inmediatamente. Remueva el resto de la capa de benceno con un gotero capilar y descarte esta porción en una cápsula de aluminio. No importa si el proceso remueve también un poco de la capa acuosa. El benceno contiene el n-BuI.
10. Transfiera 500% de la capa acuosa a otro receptáculo plástico y tape el mismo.
11. Cuente en el Contador Geiger ambas porciones usando el filtro de Al de 600 mg/cm<sup>2</sup>.

Tratamiento de los datos:

1. Corrija cada uno de los contajes obtenidos en la siguiente forma:  
(cpm corregido) = (cpm receptáculo con muestra - cpm receptáculo vacío).
2. Actividad total de cada muestra - Sume el contaje de la capa acuosa y el de la capa orgánica correspondiente.
3. % de actividad en capa acuosa (y) =

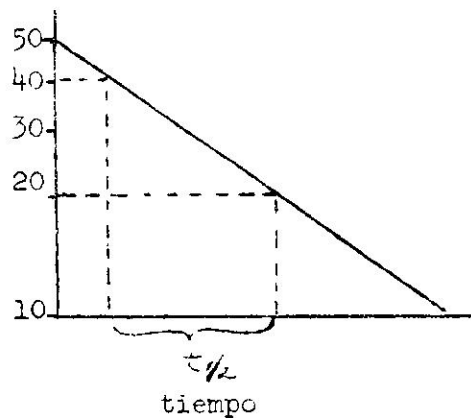
$$\frac{\text{act. capa acuosa}}{\text{actividad total}} \times 100$$



4.  $(y - y_{eq})$  en % - Reste 50 a cada uno de los valores obtenidos en el paso anterior. El valor para  $y_{eq}$  en este experimento es 50%, ya que las concentraciones molares de la especie orgánica y la especie inorgánica son iguales ( $a = b$ ).  $(y - y_{eq})$  representa lo que falta para llegar a equilibrio.
5. Lleve a gráfica  $(y - y_{eq})$  vs tiempo en papel semilogarítmico indicando el tiempo en el eje lineal.
6. Tiempo medio de la reacción ( $t_{1/2}$ ) - De la gráfica determine el tiempo necesario para reducir a la mitad un valor de  $(y - y_{eq})$  en particular.

Ejemplo:

$y - y_{eq}$



7. Energía de activación para la reacción ( $\Delta E$ ) - De los valores obtenidos para  $t_{1/2}$  a las dos temperaturas empleadas calcule  $\Delta E$  haciendo uso de la ecuación:

$$\Delta E = 2.303 \frac{R T_1 T_2}{T_2 - T_1} \log \frac{(t_{1/2})_1}{(t_{1/2})_2}$$

EXPERIMENTO NO. 14  
ANALISIS POR ACTIVACION

Objetivos:

1. Familiarizarse con las técnicas de activación con neutrones.
2. Familiarizarse con el procedimiento a seguir en la identificación y determinación cuantitativa de los componentes de una muestra.

Procedimiento:

1. Pese por separado en la balanza analítica dos muestras que contienen el elemento indio.
2. Coloque las muestras en la fuente de neutrones de tal manera que ambas reciban el mismo flujo de neutrones.
3. Irradie las muestras durante 100 minutos. Anote la hora exacta en que comenzó y terminó la irradiación.
4. Determine el espectro diferencial gama de cada una de las muestras en el Analizador de 400 canales. Anote la hora en que hace cada determinación.
5. Determine el espectro integral gama de una de las muestras (muestra No. 1) cada 15 minutos en el analizador de 400 canales hasta completar cinco o seis espectros.
6. Cuente la otra muestra de indio (muestra No. 2) en el detector Geiger cada 10 minutos hasta completar de 8 a 10 contajes. Anote la hora exacta en que hace cada determinación de contaje.

Tratamiento de los datos experimentales:

1. Haga una gráfica en papel semilogarítmico del espectro diferencial de cada una de las muestras de indio. Represente las cuentas en el eje logarítmico y el número del canal o energía en el eje lineal.
2. Determine la energía de cada fotopico presente y compare ambos espectros diferenciales.

3. Determine los límites de cada fotopico en el espectro diferencial; esto es, los canales incluidos en la región de cada fotopico.
4. Usando los límites obtenidos en el paso anterior determine el número total de cuentas que cae dentro de la región de cada fotopico en el primer espectro integral.
5. Repita el paso anterior en todos los espectros integrales obtenidos.
6. Haga una gráfica en papel semilogarítmico de número total de cuentas vs. tiempo (minutos) para un fotopico en particular, y deduzca la media vida para esta emisión gama.
7. Repita el paso anterior para cada uno de los fotopicos obtenidos.  
Compare las medias vidas de todos los fotopicos entre sí, y determine si éstos pertenecen al mismo radionucleido o a radionucleidos diferentes.
8. Lleve a gráfica en papel semilogarítmico la información obtenida en el detector Geiger; esto es, cpm vs. tiempo. Determine la (s) media vida (s) de betas.
9. Compare las medias vidas de betas y gamas, y determine cuál o cuales pertenecen al mismo radionucleido.
10. Asumiendo que la muestra No. 1 es un standard que contiene 99% indio, determine la cantidad de indio presente en la muestra No. 2. Vea página 73, Cap. IX, Manual de Laboratorio.

## EXPERIMENTO NO. 15

### DECONTAMINACION

#### Objetivos:

1. Familiarizarse con las técnicas ordinarias de detección de contaminación.
2. Aplicar los principios de decontaminación de uso general en los laboratorios de radioisótopos.
3. Aprender a usar algunos instrumentos de reconocimiento.

#### Procedimiento:

##### I. Detección de la contaminación

a) Haga una inspección general del área de trabajo que le ha sido asignada haciendo uso de un instrumento de reconocimiento. Marque toda área que exhiba contaminación.

b) Divida el área total de trabajo como se indica a continuación y tome extendidos ("smears") de cada una de las partes por separado.

1. metal frontal - parte izquierda
2. metal frontal - parte central
3. metal frontal - parte derecha
4. plástico - parte izquierda
5. plástico - parte central
6. plástico - parte derecha
7. bandeja - parte superior izquierda
8. bandeja - parte superior derecha
9. bandeja - parte inferior izquierda
10. bandeja - parte inferior derecha
11. ventana - parte izquierda
12. ventana - parte central

13. ventana - parte derecha
14. llaves (aire, agua, gas, vacío) del lado izquierdo
15. llaves (aire, agua, gas, vacío) del lado derecho
16. salidas (aire, agua, gas, vacío) del lado izquierdo
17. salidas (aire, agua, gas, vacío) del lado derecho
18. lámpara infrarroja y base
19. cordón lámpara infrarroja
20. reloj
21. estufa ("hot plate")
22. interruptores eléctricos - lado izquierdo
23. interruptores eléctricos - lado derecho

Otras áreas que deben ser examinadas mediante extendidos son:

1. mesa donde se sirven los radioisótopos - tope
2. plomos
3. centrífuga

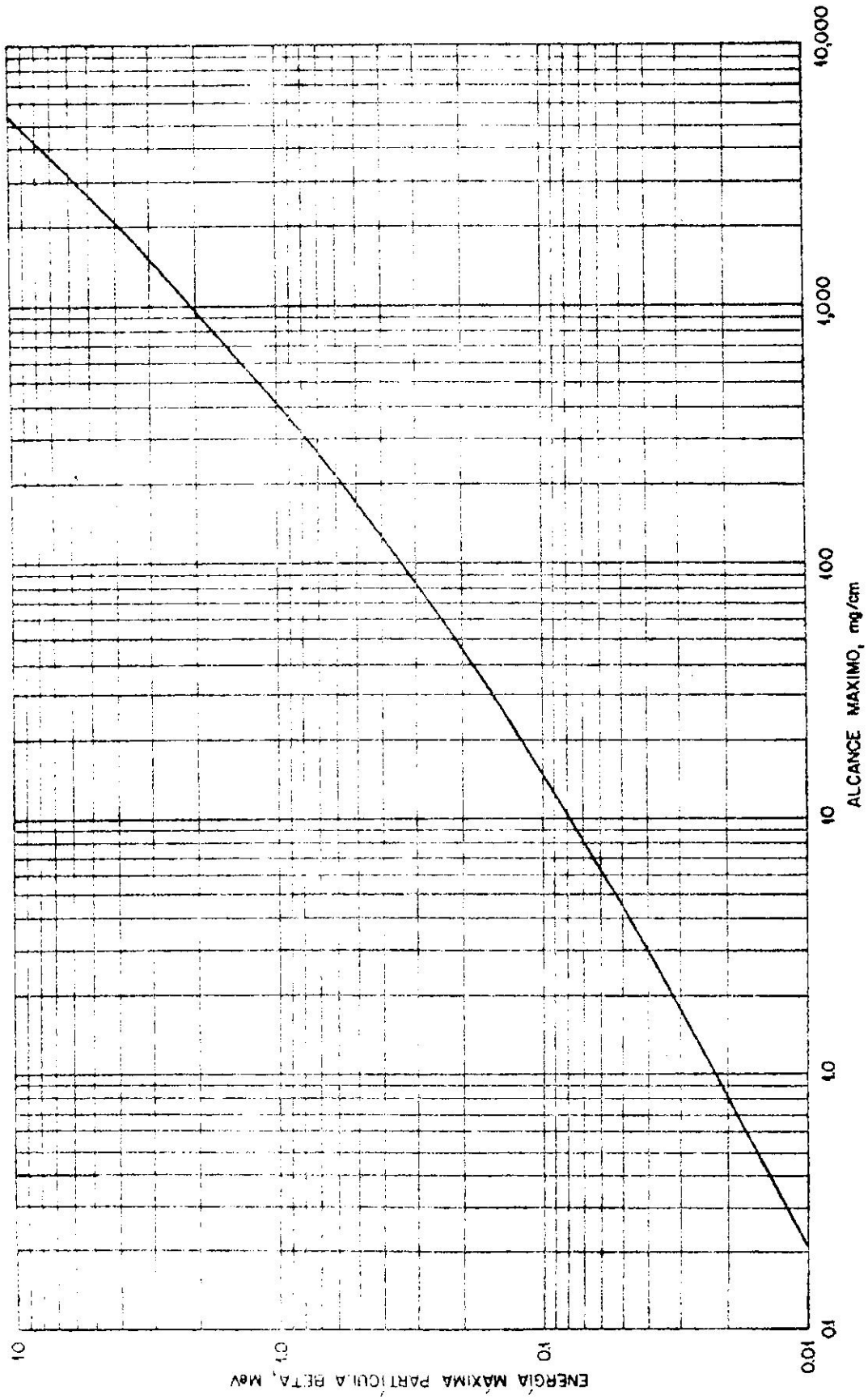
c) Cuento cada uno de los extendidos en un detector **proporcional** de flujo con ventana. Se considerarán contaminadas todas aquellas áreas que exhiban un contaje mayor que el doble del contaje ambiental.

## II. Decontaminación:

1. Haciendo uso de una esponja o un paño lave por separado cada una de las áreas contaminadas con una solución diluída de Radiacwash.
2. Enjuague varias veces con agua y seque.
3. Vuelva a tomar extendidos de estas áreas. De no haberse reducido la contaminación bajo los límites permisibles deberá repetirse el procedimiento cuantas veces fuere necesario. Si no se observa **disminución apreciable** en la contaminación después de varios lavados consulte con el instructor para aplicar otros métodos.

Apéndice I

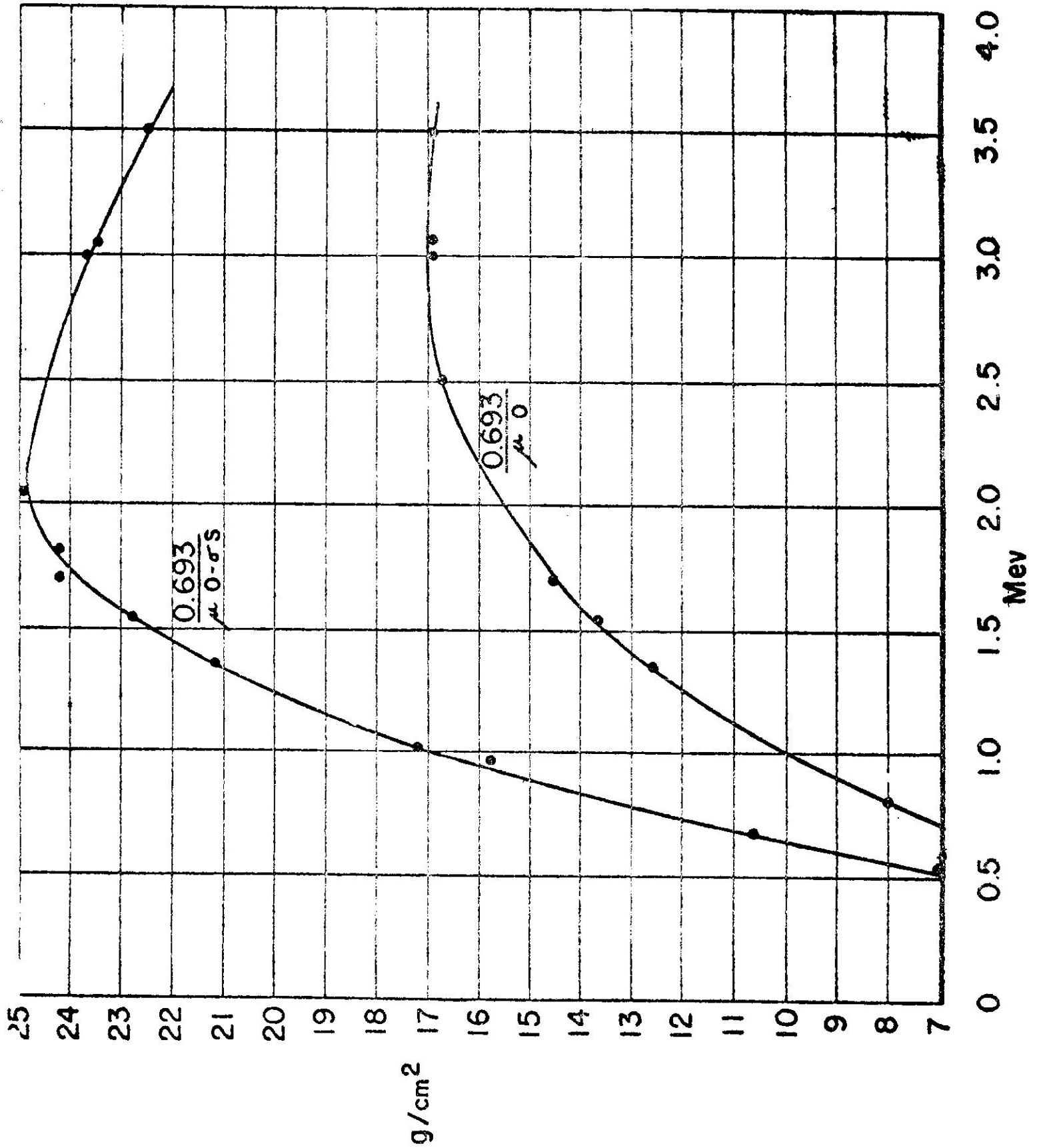
ALCANCE VS. ENERGIA PARA PARTICULAS BETAS



(De: Radiological Health Handbook, 1960)

Apéndice II

ESPESOR HEMIREDUCTOR VS. ENERGIA PARA RAYOS GAMA



Apéndice III

ALGUNAS FUNCIONES EXPONENCIALES

x	$e^{-x}$	x	$e^{-x}$	x	$e^{-x}$
0.01	0.990	0.55	0.577	1.90	0.150
0.02	0.980	0.60	0.549	2.00	0.135
0.03	0.970	0.65	0.522	2.20	0.111
0.04	0.961	0.70	0.497	2.40	0.091
0.05	0.951	0.75	0.472	2.60	0.074
0.06	0.942	0.80	0.449	2.80	0.061
0.07	0.932	0.85	0.427	3.00	0.050
0.08	0.923	0.90	0.407	3.50	0.030
0.09	0.914	0.95	0.387	4.00	0.018
0.10	0.905	1.00	0.368	4.50	0.011
0.15	0.861	1.10	0.333	5.00	0.007
0.20	0.819	1.20	0.301	5.50	0.004
0.25	0.779	1.30	0.272	6.00	0.0025
0.30	0.741	1.40	0.247	6.50	0.0015
0.35	0.705	1.50	0.223	7.00	0.0009
0.40	0.670	1.60	0.202	7.50	0.00055
0.45	0.638	1.70	0.183	8.00	0.00034
0.50	0.607	1.80	0.165	8.50	0.00012