

# EVALUACIÓN DE LAS INTERFERENCIAS UMBRALES EN LA DETERMINACIÓN DE Mg Y Cr POR ANÁLISIS POR ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA

Mendoza P. <sup>(1)</sup> [pmendoza@ipen.gob.pe](mailto:pmendoza@ipen.gob.pe)

(1) Departamento de Química – IPEN / Lima, Perú

## RESUMEN

La determinación del Mg y Cr mediante el análisis por activación neutrónica implica la evaluación de las interferencias umbrales como probables fuentes de variación sistemática la cual se efectúa mediante el empleo de núclidos blancos generadores de tal interferencia, encontrándose para el Mg un factor de corrección con relación al Al en términos de concentración de  $14.2 \pm 0.2$ , mientras que la interferencia umbral  $^{54}\text{Fe}(n,\alpha)^{51}\text{Cr}$  es mínima en la determinación del Cr.

$n/\text{cm}^2\text{s}$ , luego, un decaimiento promedio de 900s y una medición en el detector de GeHp marca Canberra GC1518 aproximadamente de 1000 s a una geometría de 14 cm con un tiempo muerto menor a 5 %.

Se efectúa la evaluación espectral mediante el programa Data Base Gamma (DBG) siendo el error estadístico de los fotopicos involucrados en el análisis, 1779 keV del  $^{28}\text{Al}$  y 843.6 keV y 1014.2 keV del  $^{27}\text{Mg}$ , menor al 0.5 % en donde estos dos últimos son producto de la interferencia mencionada.

Se determina la concentración respectiva del Al y Mg, supuestamente formado por la interferencia, mediante el método Ko [1] tal como se muestra a continuación:

## CONTENIDO

En la activación neutrónica la reacción (n, $\gamma$ ) fundamenta la especificidad del análisis pero dada la característica del espectro energético del flujo neutrónico cabe esperar que la relación de flujo térmico y epitérmico varíe en función de la posición de irradiación que para el caso del sistema neumático finlandés colocado en la posición B1 del núcleo del reactor RP-10 (configuración: N° 21) es de 66.4 siendo la componente del flujo rápido de  $2 \times 10^{12} n/\text{cm}^2\text{s}$ .

La presencia de Al y Fe a niveles macros en material geológico, sedimentos así como en ciertos concentrados y minerales aumenta la probable formación de productos por reacción umbral como es el caso del  $^{27}\text{Al}(n,p)^{27}\text{Mg}$  y de  $^{54}\text{Fe}(n,\alpha)^{51}\text{Cr}$  respectivamente los cuales dan lugar a una concentración adicional al producido por la reacción de captura radiactiva.

Una forma directa para determinar tales contribuciones es evaluar la formación del  $^{27}\text{Mg}$  y  $^{51}\text{Cr}$  en matrices de Al y Fe de alta pureza respectivamente.

Para tal efecto se acondiciona hojuelas de Al de alta pureza (99.96 %) de alrededor 0.25 g en cápsulas de irradiación conjuntamente con estándares de sodio y se irradia en la posición B1 por espacio de 10s a un flujo de  $1.6 \times 10^{13}$

Réplica	Al (%)		Mg (%)	
	1779	843.6	1014.2	
1	102.6	7.4	7.2	
2	99.4	7.1	6.9	
3	106.4	7.4	7.3	
4	105.2	7.4	7.4	
5	100.5	7.3	7.2	
6	100.9	7.2	7.2	

La relación de concentración de Al y Mg supuestamente formado será el factor de corrección que permitirá determinar el contenido real de Mg. La presencia frecuente del  $^{56}\text{Mn}$  en las matrices mencionadas en un principio origina la formación de un duplete mediante el fotopico de 846.6 keV con el fotopico de 843.6 keV del  $^{27}\text{Mg}$  situación no adecuada de resolver por el programa dado la falta de una mejor resolución del sistema para la banda pasante de 3 MeV establecida.

El factor de corrección dada por la relación de concentración de Al y Mg en base a los fotopicos de 1779 keV y 1014 keV respectivamente es de  $14.2 \pm 0.2$  (incertidumbre expresada como desviación estándar al 68 %).

Una aplicación importante es la corrección del contenido de Mg en la muestra de referencia BRS-2704 (sedimento de río).

Al	Mg	
	Experimental	corregido
Concentración (%)		
6.09	1.77	1.34
6.18	1.67	1.23
5.94	1.83	1.41
6.05	1.83	1.40
valor promedio $\pm$ DS	1.34 $\pm$ 0.08	
valor certificado	1.20 $\pm$ 0.02	

Desde 1995 se ha observado una variación sistemática del Cr en alrededor del 15% con relación a los valores certificados en diversos materiales de referencia.

Tal variación puede ser explicada parcialmente por la reacción umbral de  $^{54}\text{Fe}(n,\alpha)^{51}\text{Cr}$  cuya sección eficaz es de  $600\pm 200 \mu\text{b}$  siendo el período de semidesintegración de 27.7 d y un 5.8 % de abundancia isotópica [2].

Evaluando el  $^{51}\text{Cr}$  formado en función del contenido de Fe podemos determinar el grado de magnitud de la interferencia originada por la reacción (n,p) en el  $^{54}\text{Fe}$  para lo cual se emplea  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  diluyendo en forma sólida con celulosa q.p. para obtener valores de concentración expresado en Fe de 5 %, 10 % y 15 %.

Se agrega 0.1 g de masa a envases de polietileno ultrapuro adicionando directamente alícuota de 0.5 ml de solución estándar de Cr (100mg/ml) secando con luz infrarroja, en una aplicación directa del método de Adición Estándar.

Se acondicionan conjuntamente con estándares de sodio y se irradia por espacio de 30 m para luego de 5 d proceder a su contaje en detector GeHp a 5.5 cm de distancia por espacio de 10000 s.

Se evalúa los fotopicos de 320 keV y 1099 keV del  $^{51}\text{Cr}$  y  $^{59}\text{Fe}$  respectivamente con un error de área menor al 3% empleando el

programa DBG en forma interactiva. Se calculan las concentraciones para el Cr y Fe empleando el método de Ko.

Fe (%)	Cr (ug)
0.00	54.0 $\pm$ 1.4
5.32	52.4 $\pm$ 1.4
10.74	53.8 $\pm$ 1.5
15.72	55.6 $\pm$ 1.5
20.85	53.8 $\pm$ 1.4

incertidumbre expresado como desviación estándar al 68%

Se observa un comportamiento constante que infiere no incremento del contenido de Cr por reacción (n, $\alpha$ ) en  $^{54}\text{Fe}$ .

Asimismo, la diferencia sistemática con respecto al valor teórico agregado de 50 ug obedece en parte al empleo de estándares de sodio con error sistemático del 4 %.

Probable contaminación de Cr en el reactivo se encuentra dentro del rango de incertidumbre.

En el análisis de muestra de referencia OHIO RED CLAY se determinó una concentración de  $98.4\pm 6.3 \text{ mg/kg}$  en Cr para un valor certificado de  $90.7\pm 7.4 \text{ mg/kg}$  empleando muestra de 0.20g lo que en términos de masa representa casi 2 ug de Cr en exceso bajo una presencia de 5.2% de Fe en dicha muestra de referencia.

Tal diferencia no puede sustentarse por efecto de la interferencia umbral si bien está algo por encima de la variabilidad observada.

## REFERENCIAS

[1] MONTOYA ROSSI, Eduardo. Principales Convenciones para la tasa de reacción (n, $\square$ ) y parámetros de la posición de irradiación, utilizados en el Análisis por Activación Neutrónica según el método K-subcero y otros métodos paramétricos. Tesis de Maestría 1995.

[2] ERDTMANN, Gerhard. Neutron Activation. Tables Verlag Chemie – Volume 6 1976.