

## Determinación de isótopos de uranio por espectrometría alfa

Enoc Mamani\*, Jorge Martínez, José Maguiña, Jorge Condori, Gerardo Maghella

División de Ingeniería e Hidrología, Instituto Peruano de Energía Nuclear,  
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

### Resumen

La espectrometría alfa es una técnica para la identificación y cuantificación de isótopos radiactivos emisores alfa. En el presente trabajo se muestran los resultados obtenidos en las mediciones de muestras de agua, previamente preparadas y acondicionadas para tal propósito, usando el equipo de espectrometría alfa recientemente implementado por la División de Industria e Hidrología.

### Abstract

Alpha spectrometry is a technique for identification and quantification of alpha-emitting radioactive isotopes. This paper shows the results obtained from the measurement of water samples, previously prepared and conditioned, in the Alpha Spectrometer, recently implemented by the Division of Industry and Hydrology of the IPEN.

## 1. Introducción

La espectrometría alfa es una técnica para la identificación y cuantificación de isótopos radiactivos emisores alfa [1]. Estas partículas están constituidas por dos protones y dos neutrones, se diferencian de un núcleo de Helio porque que son eyectadas de algunos núcleos radiactivos (inestables) a altas energías características por lo general entre 4 y 6 MeV. Las partículas alfa son partículas cargadas pesadas, grandes y lentas, que pierden energía fácilmente en los materiales: una sola hoja de papel o la piel humana la impide.

Las energías de las partículas alfa de los isótopos difieren de 10 a 20 keV; por eso, los detectores de silicio son utilizados en los espectrómetros alfa, los elementos no deseables deben ser separados químicamente antes de su análisis, a fin de aislar a los elementos específicos de la muestra para reducir al mínimo las interferencias entre los nucleidos emisores alfa múltiples [2]. Con el fin de dar cuenta de la inevitable pérdida de la muestra durante la separación, una cantidad conocida de un isótopo específico o marcador se añade a la muestra, para el uranio es el  $^{232}\text{U}$ , y a fin de obtener la muestra electrodepositada o precipitada perfectamente montada en una capa delgada se emplea el uso de fluoruro de tierras raras como el fluoruro de neodimio como métodos utilizados en el montaje.

Algunos de los isótopos que se pueden detectar a través de la emisión de partículas alfa de energía característica, son los radioisótopos naturales de las cadenas radiactivas del uranio y el torio, o radioisótopos artificiales como el plutonio y americio, entre otros.

En los últimos años, la espectroscopía alfa ha adquirido una importancia creciente en la cuantificación e identificación de los nucleidos emisores alfa del medioambiente y en la protección radiológica; desde la producción de combustibles, armas nucleares, gestión de residuos hasta el desmantelamiento y descontaminación de los emplazamientos.

## 2. Desarrollo experimental

### 2.1 Materiales y equipos

- Espectrómetro alfa de marca Alpha Analyst modelo A 450-18AM, con detectores Planar Implanted Pasivated Silicon (PIPS). (Figura 1).

- Fuentes de calibración (Tabla 2).

- 05 Muestras de 50 cm<sup>3</sup> de agua (OIEA).

### 2.2 Metodología

El sistema de espectrometría alfa utilizado consta de 8 detectores PIPS que tienen una entrada extremadamente delgada, evitando la pérdida de menor energía, mejorando así la

---

\* Correspondencia autor: emamani@ipen.gob.pe

resolución, modelo A 450 -18 AM. El fondo es bajo menor a 0,05 cuentas/h-cm<sup>2</sup> en el rango de 3 a 8 MeV, la característica de los detectores de silicio es que mejoran la baja corriente de fugas (estabiliza la ganancia en función del tiempo y temperatura, y el bajo nivel de ruido (mejora la resolución y la garantía de calidad) [2].

El procedimiento de lectura de muestras en el espectrómetro alfa consta de los siguientes pasos [3]:

a) Preparación de la muestra:

- Tratamiento preliminar. Se realiza con la finalidad de homogenizar y conservar la muestra para procesos químicos posteriores. Para una muestra sólida involucra el secado, molienda, tamizado a malla-100, combustión para eliminar la materia orgánica, finalmente se disuelve con ácidos nítrico, perclórico y fluorhídrico.

b) Separación radioquímica. Las técnicas de separación y purificación son coprecipitación, extracción líquido-líquido, intercambio iónico y cromatografía de extracción. La separación química está destinada a aislar los elementos específicos de la muestra para reducir al mínimo las interferencias entre los nucleidos emisores alfa múltiples. Previamente a la separación radioquímica se añade, a la muestra, una cantidad conocida de <sup>232</sup>U como trazador, por lo que además de los espectros aparecerá el espectro correspondiente al <sup>232</sup>U que se utilizará para el cálculo del rendimiento del proceso. Debido a que todos los isótopos de un elemento, se comportan químicamente igual, el porcentaje de trazador perdido en los procesos químicos es igual al porcentaje de la muestra perdida, suponiendo que el marcador se mezcla homogéneamente con la muestra y se pone en equilibrio químico con la muestra.

c) Montaje de la muestra. Para producir una fuente adecuada y separada con el fin de obtener una mejor resolución en el espectrómetro alfa, la fuente debe ser químicamente estable y manipulable. Los principales métodos de montaje son: evaporación de un disolvente orgánico, electrodeposición, precipitación con fluoruro y filtración [4].

Para el caso de medición del uranio, se adicionó un trazador de <sup>232</sup>U y se precipitó

con una disolución de hierro (III) a pH=8. Una vez disuelto el precipitado se realiza una extracción del hierro con éter di-isopropílico, la fase acuosa se pasa por la columna de intercambio aniónico que retiene al uranio y el torio. El uranio se eluye selectivamente y se electrodeposita en una plancheta de acero inoxidable.

Después, la muestra electrodepositada es colocada en una cámara de vacío, los datos se adquieren a partir de la muestra por un período de tiempo predeterminado. Debido a la baja actividad involucrada, los tiempos de adquisición son a menudo largos por encima de 50000 segundos para alcanzar la deseada MDA. Después de la adquisición de los datos, se analiza los procesos del espectro cuantificándose los resultados de los isótopos de interés. El análisis puede consistir en la integración simple, recuento y la corrección de la eficiencia o pueden implicar correcciones de fondo amplio, la indemnización por diversas características de los procesos químicos, el procesamiento de las crestas se superponen, etc.



Figura 1. Espectrómetro alfa.

En la Tabla 1 se muestran las energías de algunos isótopos de uranio de nuestro interés.

Tabla 1. Isótopos de uranio [5].

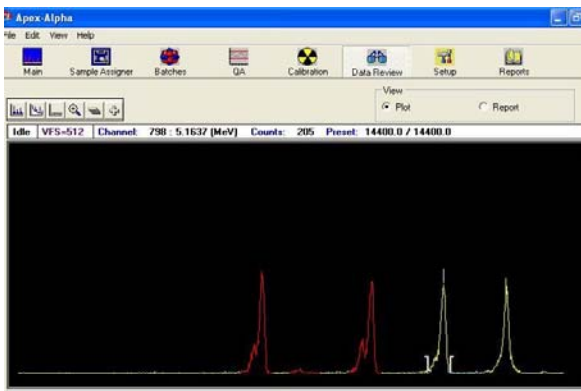
Isótopo	Energía (keV)	ROI (keV)
<sup>238</sup> U	4184.4	4086-4249
<sup>226</sup> Ra	4385	4348-4498
<sup>234</sup> U	4761	4660-4825
<sup>232</sup> U	5302	5205-5369

Para la calibración del sistema se empleó una fuente estándar múltiple de calibración disco de acero de 24,1 mm de diámetro x 0,65 mm de espesor. Dato de referencia: 9-Sep-2009.

**Tabla 2.** Datos de la Fuente estándar de calibración.

Isótopo	Actividad (Bq)	Rango de energía (keV)	Tiempo vida media, años
<sup>238</sup> U	1,598E+00	3900-4270	4,470E+09
<sup>234</sup> U	1,591E+00	4580-4860	2,460E+05
<sup>239</sup> Pu	1,365E+00	4950-5240	2,410e+04
<sup>241</sup> Am	1,477E+00	5280-5600	4,326e+02
Act. Total	6,229E+00	3000-8000	

La fuente estándar permite la calibración simultánea de la relación canal-energía y la determinación de la eficiencia del detector eficaz para todas las cámaras (Figura 2).



**Figura 2.** Espectro Estándar de la fuente de calibración.

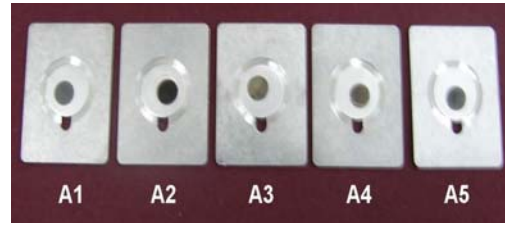
Los resultados de las muestras del OIEA para los isótopos de uranio se muestran en la Tabla 3.

**Tabla 3.** Actividad en Bq/kg del OIEA.

	A1	A2	A3	A4	A5
<sup>238</sup> U	0,3100	0,0400	1,2500	0,7000	0,3600
<sup>234</sup> U	0,4700	0,0400	1,2000	1,3000	0,5600

### 3. Resultados

En la Figura 3 se muestra los discos ubicados en el porta muestra obtenidos después del tratamiento químico para las muestras A1, A2, A3, A4 y A5 y en la Figura 4 se observa la ubicación de la muestra. El intervalo de energías que se ha tenido en cuenta para el análisis va de 2 900 a 5 812 keV (1 a 1 024 canales). En este intervalo las emisiones utilizadas para el cálculo de actividades se representan en la Tabla 2.



**Figura 3.** Relación de muestras.



**Figura 4.** Ubicación de la muestra.

Las muestras estuvieron ubicadas en el tercer nivel (de 12 niveles que posee la cámara de detección) como se representa en la Figura. 4.

Se realizaron 4 mediciones de 360 minutos cada uno, y los resultados promedio en bequerelios para cada muestra se registran en la Tabla 4.

**Tabla 4.** Actividad en Bequerelios.

	A1	A2	A3	A4	A5
<sup>238</sup> U	0,00089	0,00000	0,00286	0,00113	0,00173
<sup>226</sup> Ra	0,00009	0,00000	0,00013	0,00006	0,00006
<sup>234</sup> U	0,00131	0,00000	0,00238	0,00184	0,00222
<sup>232</sup> U	0,02434	0,00003	0,01255	0,00906	0,02678

En la Figura 5 se representa el espectro de la muestra; donde el primer pico corresponde al <sup>238</sup>U, el segundo pico al <sup>226</sup>Ra, el tercer pico al <sup>234</sup>U y el cuarto pico al trazador <sup>232</sup>U.



**Figura 5.** Espectro de la muestra A3.

Para calcular la actividad neta de la muestra, se añadió 20 uL de <sup>232</sup>U a cada muestra con una actividad de 16,16 Bq/g con la finalidad de realizar correcciones por pérdidas en la preparación de las muestras. Así tenemos que la cantidad de trazador añadido es:

$$= 20 \text{ uL} \times (1\text{mg/uL}) \times 16,16 \text{ Bq/g} \times (1\text{g}/1000\text{mg})$$

$$= 0,3232 \text{ Bq de actividad de } ^{232}\text{U (trazador)}$$

La Tabla 5 muestra las actividades corregidas en Bq teniendo en cuenta las pérdidas por tratamiento químico de la muestra, así como la cantidad de muestra empleada en el análisis.

**Tabla 5.** Actividad neta calculada en Bq/kg.

	A1	A2	A3	A4	A5
<sup>238</sup> U	0,2368	0,0000	1,4753	0,8109	0,4180
<sup>234</sup> U	0,3488	0,0000	1,2282	1,3148	0,5373
<sup>232</sup> U	6,4792	6,4800	6,4785	6,4798	6,4909

Realizando un análisis de evaluación de desempeño, restando los valores de la Tabla A3 – A5 en porcentaje, obtenemos la Tabla 6.

**Tabla 6.** Evaluación de desempeño.

Cód. Lab.	Valor IPEN		Valor OIEA		Diferencia entre valores IPEN-OIEA (en %)	
	<sup>238</sup> U	<sup>234</sup> U	<sup>238</sup> U	<sup>234</sup> U	<sup>238</sup> U	<sup>234</sup> U
A1	0,237	0,349	0,310	0,470	23,61	25,78
A2	0,000	0,000	0,040	0,040	100,	100,
A3	1,475	1,228	1,250	1,200	18,02	2,35
A4	0,811	1,315	0,700	1,300	15,84	1,14
A5	0,418	0,537	0,360	0,560	16,11	4,05

En la Tabla 3 se observa que la muestra A2 tiene poca actividad, por esa razón, los errores son altos y no aceptables; lo que nos sugiere incrementar el tiempo de medición para muestras con pequeñas concentraciones.

#### 4. Conclusiones

Los análisis por espectrometría alfa realizados en el nuevo laboratorio de la División de Industria e Hidrología del IPEN, demuestran la capacidad para realizar estudios con muestras ambientales, siendo la espectroscopía alfa una de las técnicas disponible más sensibles para el análisis de rutina de partículas alfa que emiten los nucleidos.

Los resultados obtenidos de las mediciones realizadas en el laboratorio, pueden ser optimizados aumentando el tiempo de medición, especialmente de muestras con baja concentración de isótopos de uranio. .

También se requiere realizar un mayor número de intercomparaciones con otros laboratorios acreditados, especialmente del extranjero para validar la calidad de los análisis y la eficiencia de los equipos.

#### 5. Bibliografía

- [1] Canberra Industries, Inc. User's Manual Alpha Analysis uses Apex-Alpha Spectroscopy Software Suite. v. 1.1. 2008.
- [2] Canberra. Alpha Analyst Integrated Alpha Spectrometer. 2000. Disponible en: <http://www.canberra.com/products/696.asp>
- [3] Burnett B, Burchfield L. A practical guide to successful alpha spectroscopy-Canberra. 2005. Disponible en: <http://www.canberra.com/literature/953.asp>
- [4] NuclearLab. Espectrometría alfa. Guía de preparación de muestras. Disponible en: <http://www.nuclearlab.com/Downloads/Espectrometria%20Alfa.doc>
- [5] Morillon C, Bé MM, Lamé J, Jean C. Nucléide – LARA: bibliothèque des émissions gamma et alpha. Commissariat à l'Energie Atomique. France. 2000.