

CONSTRUCCION DE UN CONTADOR PROPORCIONAL 2π
DE FLUJO, PARA CONTEO DE EMISION α EN BAJO NIVEL

A. Moreno y Moreno*, C. Archundia**, A. Nava, D.B. de Garza

Instituto de Física, Universidad Nacional de México

(Recibido: 25 febrero 1964)

RESUMEN

In order to measure very low levels of uranium in air, vegetal oil products and humane urine, a 2π gas-flow proportional counter was built.

We have attained a minimum counting rate of 2 d/m. The slope of the plateau in the counting rate curve for α particles, was found to be 5% in 100 volts.

PROPOSITO DE ESTE TRABAJO

La determinación de emisores α es fácilmente realizada utilizando contadores proporcionales de flujo. Por este motivo se construyó en el Laboratorio de Radioquímica del Instituto de Física, un detector 2π que ha sido utilizado para mediciones de uranio en bajo nivel en muestras de aire de la planta piloto de la Comi-

*Asesor C.N.E.N.

**C.N.E.N.

sión Nacional de Energía Nuclear, en muestras oleaginosas y puede ser usado para determinaciones de uranio urinario del personal asociado al procesamiento de materiales uraníferos.

DESCRIPCION DEL CONTADOR

El cuerpo del contador es un cilindro macizo de bronce con un diámetro de 15 cm y una altura de 5 cm (ver fig.1) en el que se ha construido una cámara con un volumen aproximado de 20 ml; el interior de ésta fué pulido a espejo teniendo especial cuidado de evitar asperezas en el mismo que pudieran ocasionar descargas espurias por efecto corona.

El gas de flujo, que es una mezcla de 1.3% de butano y 98.7% de helio, circula por la cámara y por el portamuestra adicional, permitiendo así el conteo alternado

El alambre central está montado en forma de gasa anular, con un diámetro de 0.4 cm en un aislador de teflon, que a su vez lo está en un conector Amphenol. El diámetro del alambre central es de 0.008 cm y el material es tungsteno electropulido, fabricado por la OSRAM de Inglaterra.

EQUIPO ELECTRONICO

Se utilizó un escalador con un control de sensibilidades para señales de entrada del detector de 1 a 1000 mV, que es de hecho un discriminador de altura de pulsos sobre el nivel de disparo de reja del primer paso del amplificador.

Con objeto de escoger la sensibilidad de entrada adecuada, se obtuvo la serie de curvas de la figura 2, que muestra que 5 mV es la discriminación a usar.

DETECCION DE PARTICULAS ALFA

El voltaje de operación para detectar partículas α se determinó obteniendo la meseta de la región proporcional de la curva de trabajo (ver fig. 3).

La pendiente de la curva en la región de trabajo es de 5% en 100 volts y la longitud de la meseta es de 120 V. El voltaje escogido fué de 850 V. El

tamaño del pulso de salida del detector es aproximadamente de 10 mV, con una duración de 500 μ seg.

La eficiencia del contador para partículas α es de 94%.

La sensibilidad de entrada del escalador fué de 5 mV y la velocidad de flujo del gas de 200 cm³/30 min. El conteo de fondo observado es menor de 1 c/30 min.

DETECCION DE PARTICULAS BETA

Este mismo contador puede usarse para conteo de emisiones β y en este caso el punto de operación se determina de la curva cuentas por minuto contra voltaje en la región Geiger (ver figura 4). En esta curva no se han hecho correcciones por retrodispersión y otros efectos.

La pendiente de la meseta es de 3% en 100 V y su longitud de 170 V. El voltaje de trabajo para este contador es de 1150 V, obteniéndose pulsos de salida de una amplitud de 4 V y una duración de 300 μ seg.

La sensibilidad de entrada del contador se ajustó a 250 mV y la velocidad de flujo de gas a 200 cm³/min. El conteo de fondo observado es de 22 c/min.

La figura 5 muestra la meseta para partículas β , con 5 mV de sensibilidad.

INFLUENCIA DEL GASTO DE GAS

Puede verse en la figura 6, que el conteo en la región proporcional es constante en una amplia región con relación al gasto de gas. Hay que considerar sin embargo, que a velocidades altas del mismo, la cuenta disminuye ya que al aumentar considerablemente la presión del gas dentro del contador se requeriría un incremento en el voltaje para producir el mismo tamaño de pulso que en las condiciones normales de operación.

CALIBRACION DEL CONTADOR

Con objeto de conocer la eficiencia del contador, se requiere calcular la actividad de un microgramo de uranio natural.

$$A_{\text{total}} (\text{uranio natural}) = A_{\text{U}^{238}} + A_{\text{U}^{234}} + A_{\text{U}^{235}}$$

$$A_{\text{U}^{238}} = \lambda_{\text{U}^{238}} N_{\text{U}^{238}} = 0.748 \text{ dpm}$$

$$A_{\text{U}^{235}} = \lambda_{\text{U}^{235}} N_{\text{U}^{235}} = 0.034 \text{ dpm}$$

$$A_{\text{U}^{234}} = \lambda_{\text{U}^{234}} N_{\text{U}^{234}} = 0.787 \text{ dpm}$$

Se encuentra que 1.57 dpm es la actividad de 1 μg de uranio natural y en un arreglo 2π deberá observarse 0.784 dpm.

Se preparó una solución de $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con una concentración de 117.6 $\mu\text{g}/\text{ml}$, esta solución se diluyó nuevamente para obtener 55.75 $\mu\text{g}/\text{ml}$ de uranio natural, con esta solución se preparó la serie de muestras patrones.

La figura 7 indica el valor de las actividades contadas de las muestras patrones, en relación con los valores teóricos calculados para esas concentraciones de uranio natural (curva I).

No se creyó necesario extraer el uranio con fosfato de tributilo (TBP) para preparar los patrones, ya que, al probar la técnica para determinaciones de uranio en orina humana, la cantidad del mismo extraído con TBP fué la que se añadió a ese material.

CONTAMINACIONES CON SALES DE TORIO

Con objeto de excluir la posibilidad de que el uranio utilizado pudiera estar contaminado con torio, se trató de extraer éste de una solución de nitrato de torio con TBP; los resultados fueron negativos.

PROCESO QUIMICO

El método utilizado para la determinación de uranio, en los materiales escogidos en este trabajo, consiste esencialmente en la destrucción de materia orgánica por oxidación húmeda, extracción del uranio con fosfato de tributilo y medición de la actividad del uranio extraído.

METODO PARA LA DESTRUCCION DE MATERIA ORGANICA Y DE EXTRACCION CON TBP

I. DESTRUCCION DE MATERIA ORGANICA

A) Muestras de aire.

Para el caso de las muestras de aire, se retira el filtro de un extractor Staplex después de haber pasado un volumen conocido en un tiempo determinado. El filtro se coloca sobre un embudo Büchner y se trata con HNO_3 concentrado, el líquido ácido se recoge en un vaso de precipitados y cubriéndolo con un vidrio de reloj se evapora a sequedad a la llama de un mechero; la última parte de la evaporación se hace en baño de arena para evitar proyecciones del material. Posteriormente se añaden 2 a 3 ml de HNO_3 concentrado y H_2O_2 al 30% alternadamente, hasta obtener un residuo de cenizas blancas.

B) Productos oleaginosos

En el caso de las oleaginosas (aceitunas y aceite de oliva) hay que procesar por separado tanto la pulpa como el hueso proveniente de las aceitunas, sometiéndolas a un tratamiento de desalinización previo a la destrucción de la materia orgánica.

A continuación se seca y carboniza el material y se introduce a la mufla para obtener cenizas lo más blancas que sea posible, cuidando de que la temperatura no pase de 700°C , durante unas 3 horas. Estas cenizas se tratan con HNO_3 concentrado y H_2O_2 al 30% para terminar de oxidarlas.

La fracción correspondiente a los huesos previamente pesados, se somete a una desalinización y secado antes de carbonizarlos en cápsula de porcelana y mechero de gas.

La acción de la mufla nos da cenizas que terminan de blanquearse con HNO_3 concentrado y H_2O_2 al 30%.

Las muestras de aceite previamente pesadas se incineran, añadiendo 0.2 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ para iniciar la combustión. Una vez que se ha carbonizado la totalidad del aceite, se incineran estos residuos a la mufla (700°C) hasta tener cenizas blancas o que puedan blanquearse por la acción del HNO_3 y H_2O_2 .

C) Orina humana

En el caso de orina humana se colocan 100 ml en un vaso de precipitados y se añaden 20 ml de HNO_3 concentrado. El vaso se cubre con un vidrio de reloj y se evapora a sequedad a la llama de un mechero; aquí hay que tener la precaución de realizar la última parte de la evaporación en un baño de arena. Las cenizas obtenidas se tratan posteriormente por adiciones sucesivas de 2 a 3 ml de HNO_3 concentrado y H_2O_2 al 30%.

II. EXTRACCION DEL URANIO CON FOSFATO DE TRIBUTILO

Una vez que se han obtenido las cenizas blancas en cada caso, se lavan las paredes del recipiente que las contiene con agua destilada, se añaden 0.75 ml de HNO_3 concentrado y se evapora en baño de arena a un volumen de 4 a 5 ml, añadiendo entonces 15 g de $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ calentando un poco hasta obtener un líquido transparente, pero sin llegar a la ebullición.

Aún caliente se pasa el líquido a una probeta de 50 ml con tapón esmerilado, se lava el vaso con 0.75 ml de HNO_3 y 2 a 3 ml de agua destilada. El volumen total en la probeta debe ser de 20 ± 2 ml.

Se añaden 20 ml de la solución de TBP en hexano al 5% y se agita durante 2 minutos; se esperan unos 15 minutos para la separación de las fases y con una pipeta se transfiere la fase orgánica a un embudo de separación de 125 ml. Es necesario realizar tres de estas extracciones.

Se añaden 20 ml de HNO_3 0.1N a los 60 ml de la solución que están en el embudo de separación. Se agita la solución medio minuto, se esperan 2 minutos para que se separen las 2 fases y se pasa la fase acuosa a un vaso de 100 ml. Esta parte de la operación se repite 3 veces.

Se evapora la solución acuosa casi a sequedad en baño de arena, se lavan las paredes del vaso con 2 ó 3 ml de HNO_3 0.1N y se evapora casi a sequedad (aprox. 1 ml). Se transfiere la muestra a un portamuestras de acero inoxidable y se lavan las paredes del vaso con 10 gotas de HNO_3 0.1N.

Se seca la muestra líquida con una lámpara de rayos infrarrojos y se calienta después en un mechero hasta tomar un color rojo oscuro. Después de dejar enfriar se mide la actividad de la muestra.

CONCLUSIONES

En la Tabla I se han anotado los valores encontrados para las muestras sometidas al tratamiento antes citado.

De las muestras de orina procesadas, la que se cita está comprendida en la cantidad máxima permisible de uranio en orina, la cual es del orden de 40 $\mu\text{g/litro}$.

TABLA I

Aire	$8.3 \times 10^{-7} \mu\text{g/ml}$
Hueso (aceitunas)	157.4 $\mu\text{g U/kg}$
Pulpa (aceitunas)	1.3 $\mu\text{g U/kg}$
Aceite	0.3 $\mu\text{g U/kg}$
Orina	38.9 $\mu\text{g U/l}$

Esperamos que este trabajo ayude a algunos programas de la C.N.E.N., que requieren conocer en su trabajo rutinario los niveles de uranio en su personal o en el medio ambiente.

AGRADECIMIENTOS

El contador 2π usado en este trabajo fué construido por el Sr. Juan Martínez. Queremos expresar nuestro agradecimiento al Sr. Ing. Sergio Ajuria por su interés para fijar las técnicas químicas que usamos, al Pas. Ing. Quím. Rubén Ortega que nos ayudó en la parte relativa al conteo de las muestras y al Ing. Thomas Brody por sus sugerencias durante el desarrollo de este trabajo.

BIBLIOGRAFIA

1. Brown P.E., Davis D.M. Henley L.C.
A current review of body fluid analysis, procedures and method of reporting.
U.S. Atomic Energy Commission, Oak Ridge National Laboratory
ORNL 57-8-1, 1957
2. Ionization Chambers and Counters, D.H. Wilkinson
3. Electron and Nuclear Counters, Korff, S.A.
4. Reporte de trabajo realizado en el Laboratorio de Investigación del Museo Británico. A. Moreno y Moreno •

Contador Proporcional.

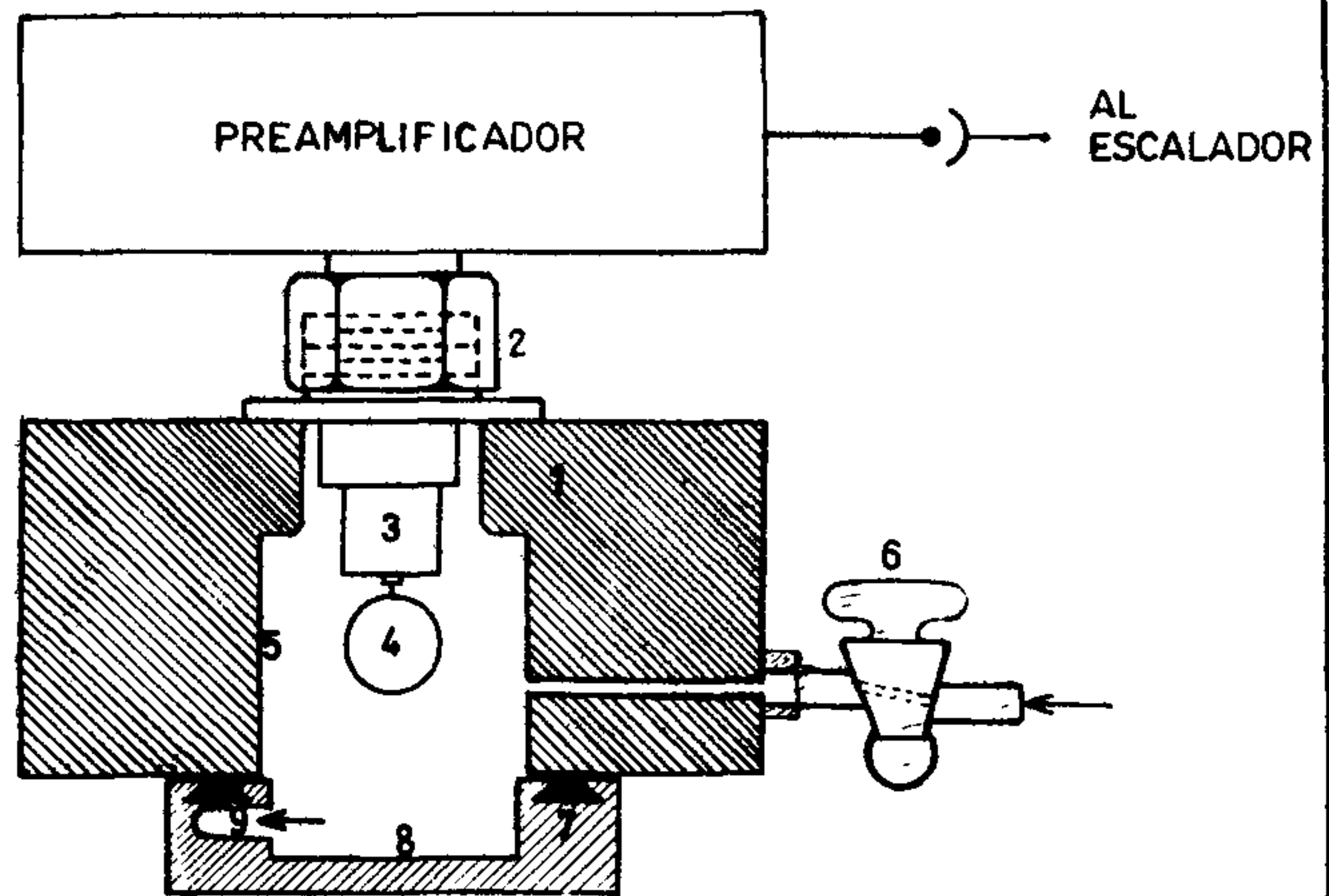
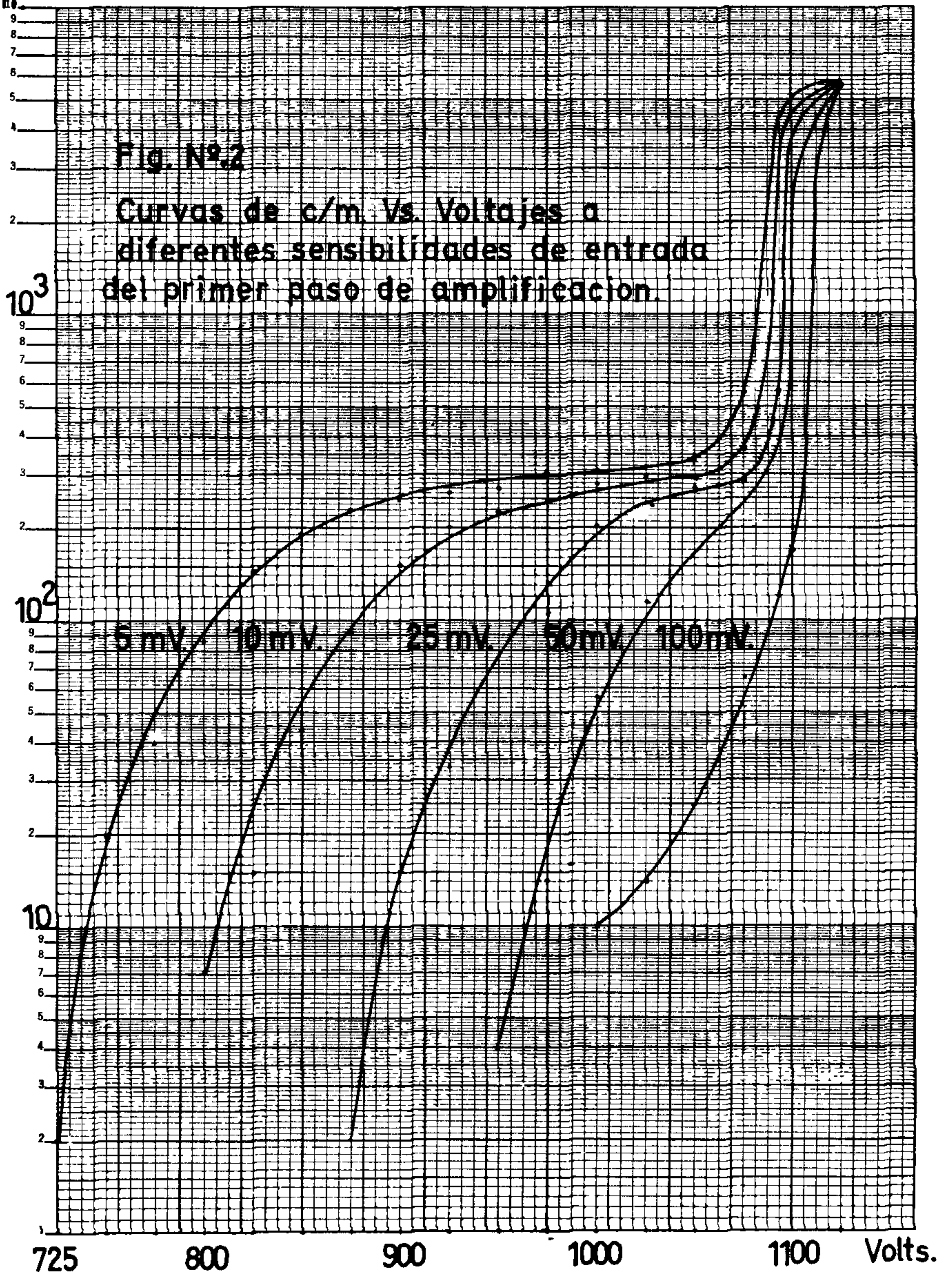


Fig. N°1.

- 1- Cuerpo del Contador.
- 2- Conector Amphenol. UG-59 B/U.
- 3- Aislador de teflon.
- 4- Anodo.
- 5- Camara de Conteo.
- 6- Llave de Entrada de Gas.
- 7- Placa Portamuestras.
- 8- Portamuestras. N°1
- 9- Salida de Gas al Portamuestras. N°2

c.p.m.



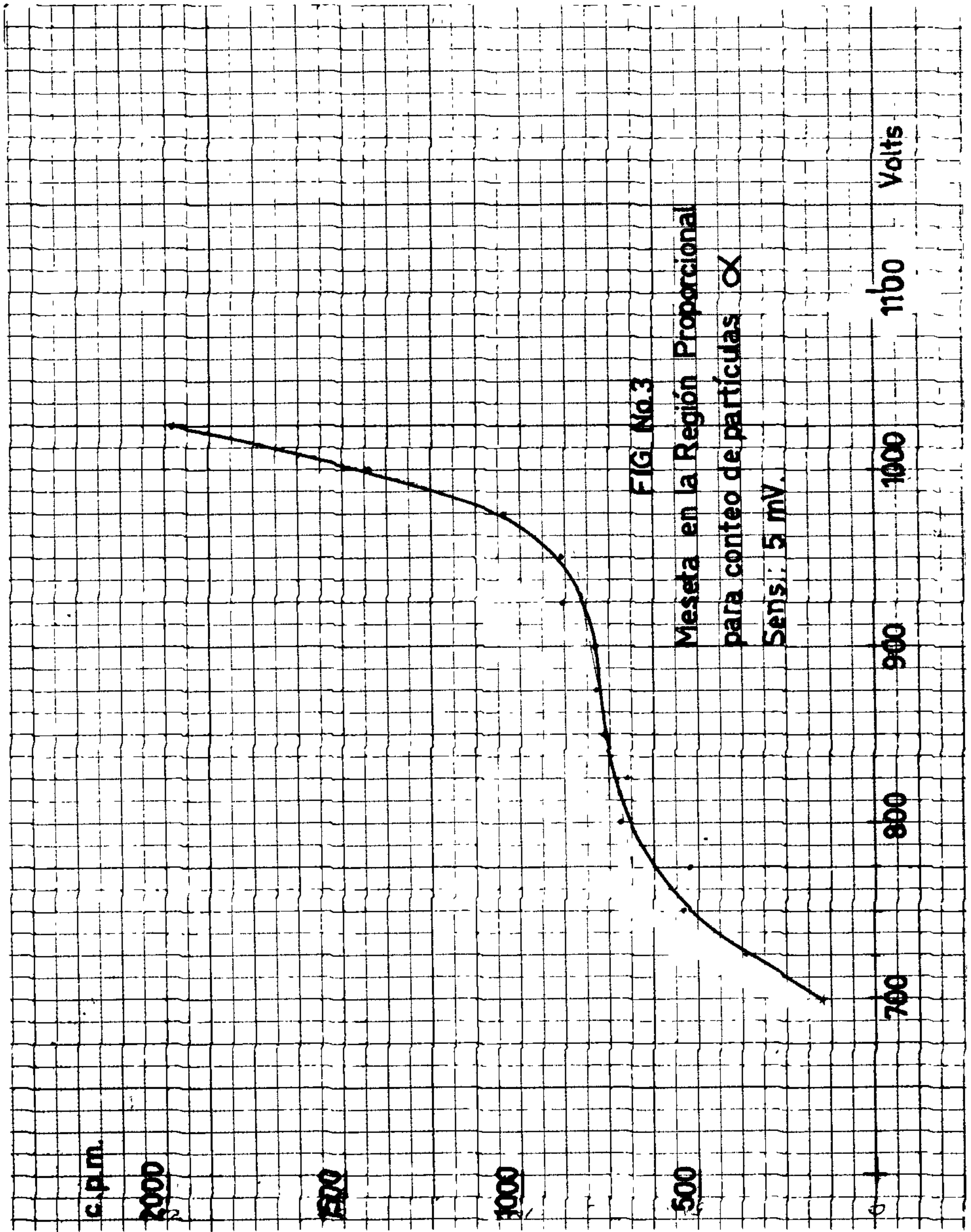


FIG No.3

Meseta en la Región Proporcional
para conteo de partículas α

Sensi.: 5 mV.

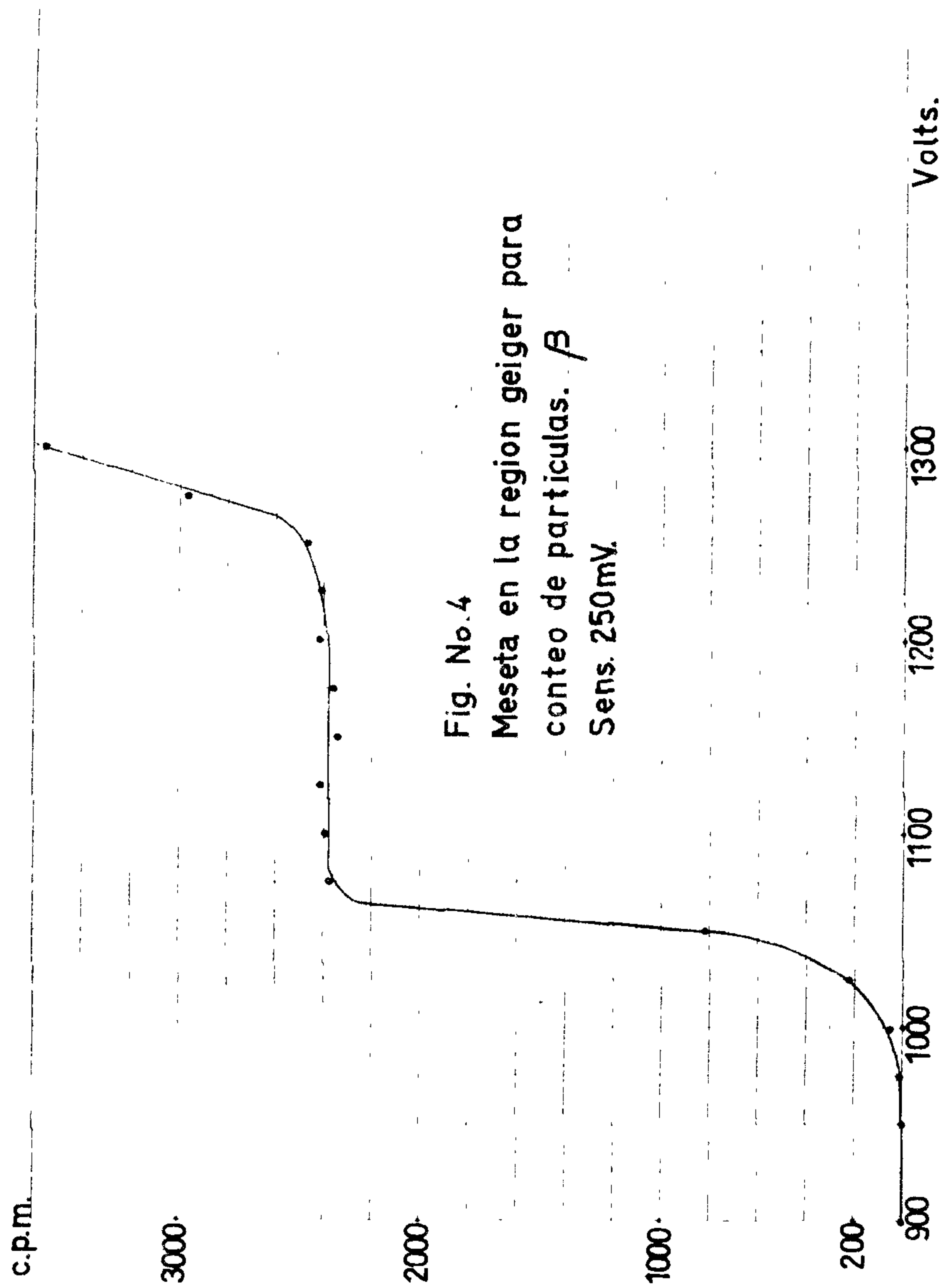


Fig. No.4
 Meseta en la region geiger para
 conteo de particulas. β
 Sens. 250mV.

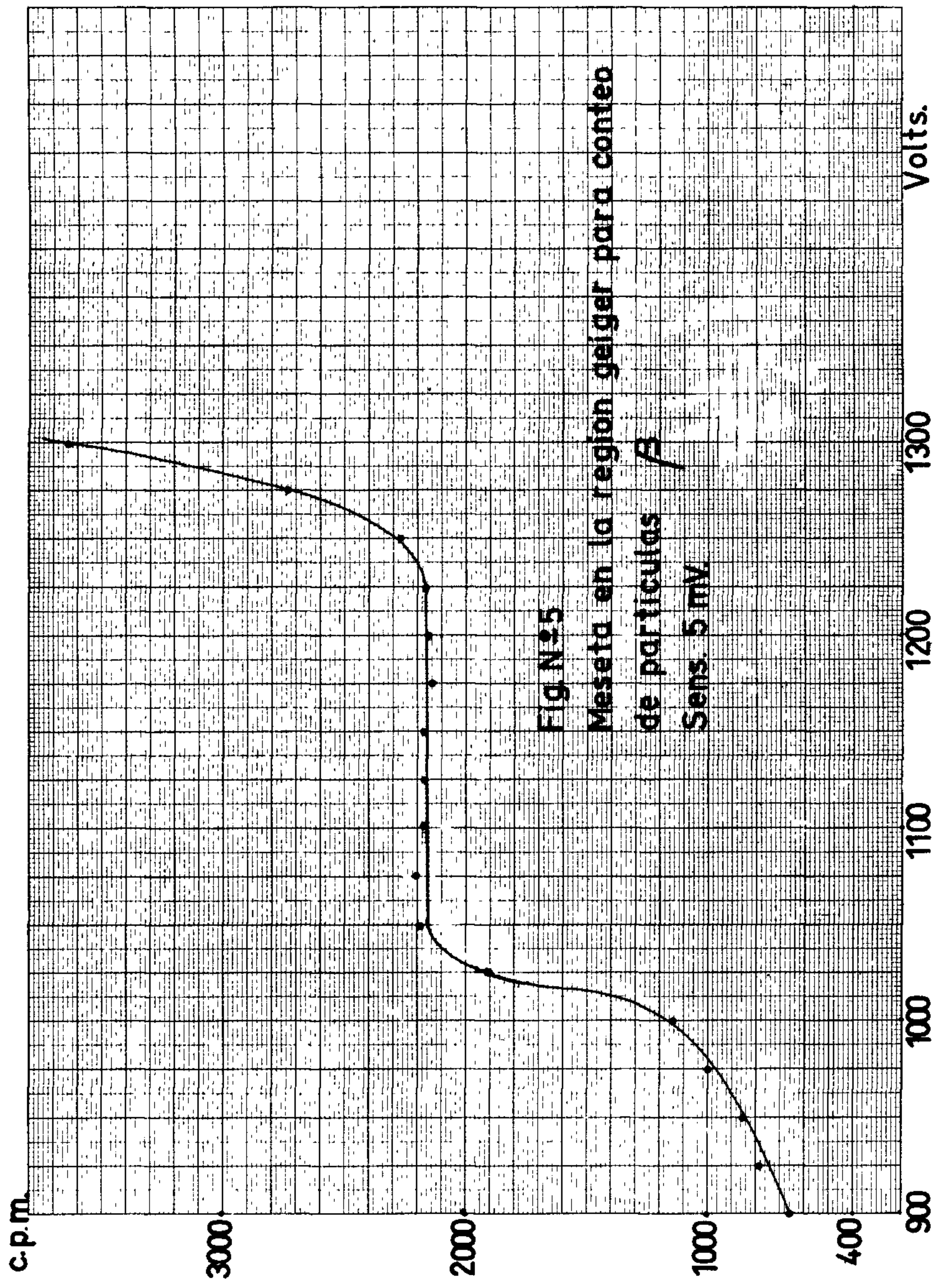


Fig. N.º 25
Meseta en la region geiger para conteo
de particulas A
Sens. 5 mV

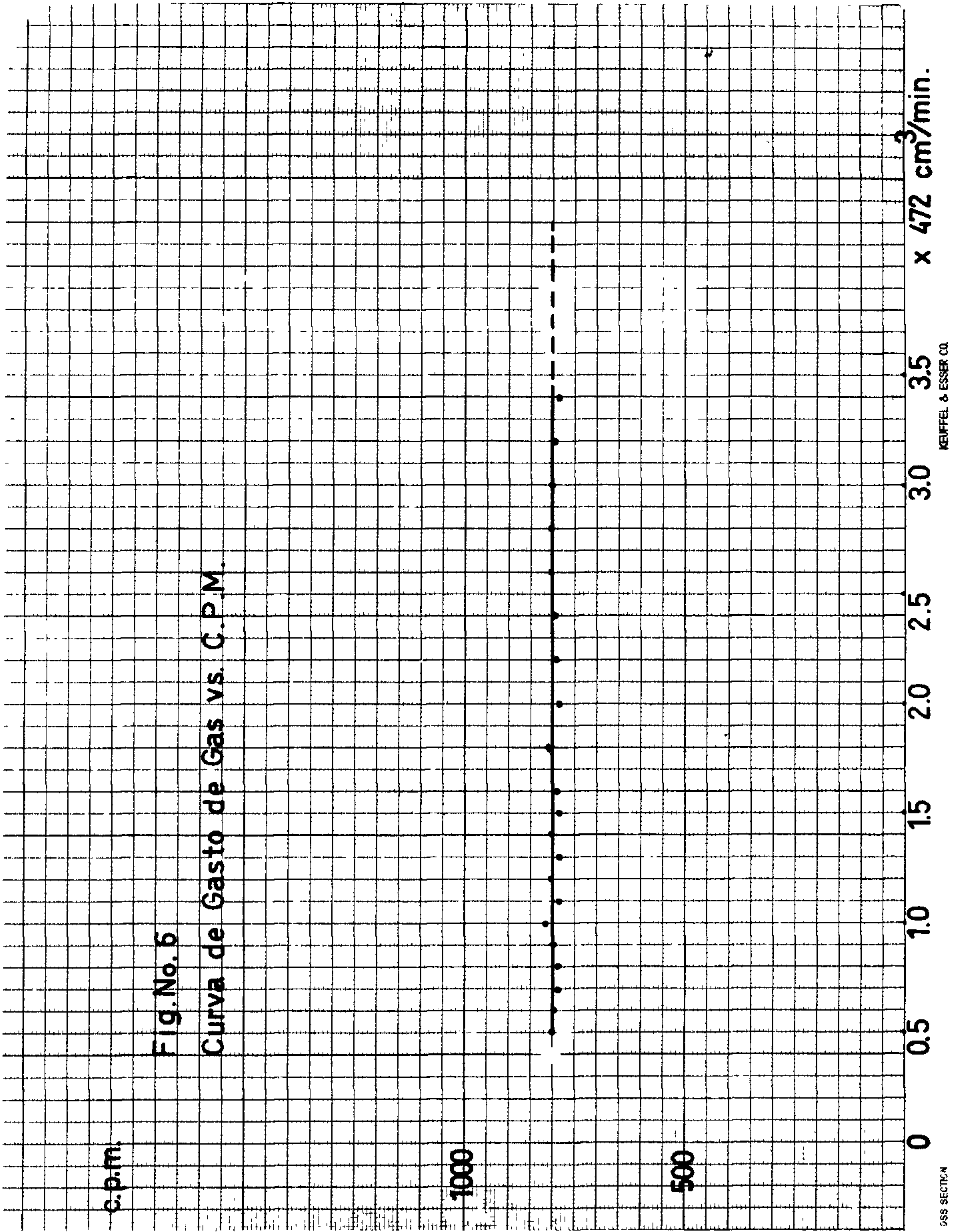
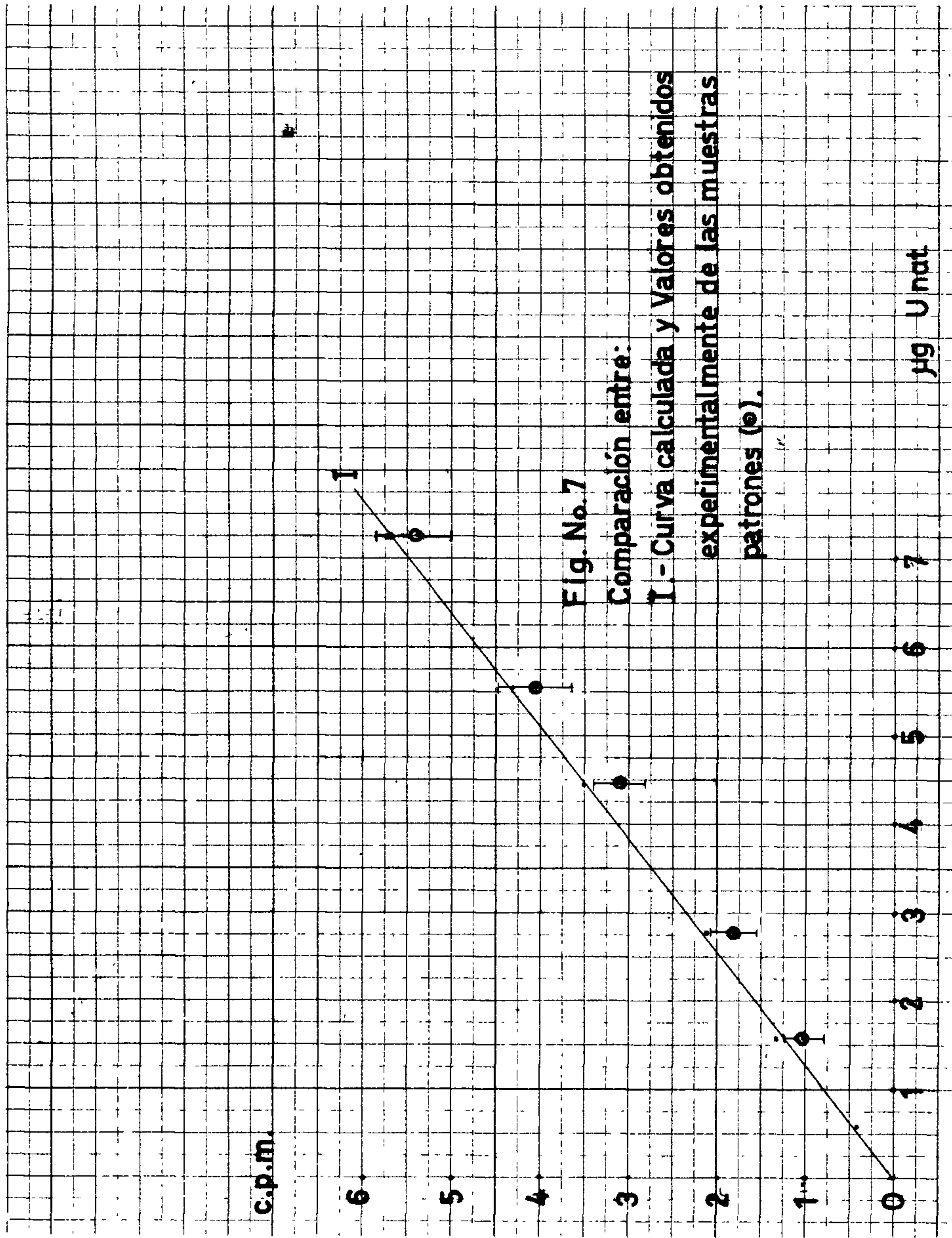


Fig. No. 6
Curva de Gasto de Gas vs. C.P.M.

KEIFFEL & ESSER CO.

555 SECTION



L.A.C. 10 X 10 TO THE CM 358-14