

BR 8714239



ISSN 0101-3084

**CNEN/SP**

**ipen** Instituto de Pesquisas  
Energéticas e Nucleares

DETERMINAÇÃO DE BORO EM SOLUÇÕES AQUOSAS, EMPREGANDO  
UM FEIXE DE NÊUTRONS FILTRADO, PELA TÉCNICA  
DO REGISTRO DE TRAÇOS

Marco Antonio Proença Vieira de Moraes, Reynaldo Pugliesi e  
Marília Tereza Freitas Cesar Khouri

IPEN - PUB - 86

PUBLICAÇÃO IPEN 86

NOVEMBRO/1985

SÃO PAULO

PUBLICAÇÃO IPEN 86



ISSN 0101-3084

NOVEMBRO/1985

**DETERMINAÇÃO DE BORO EM SOLUÇÕES AQUOSAS, EMPREGANDO UM  
FEIXE DE NÉUTRONS FILTRADO, PELA TÉCNICA DO  
REGISTRO DE TRAÇOS**

**Marco Antonio Proença Vieira de Moraes, Reynaldo Pugliesi e  
Marília Tereza Freitas Cesar Khouri**

**DEPARTAMENTO DE FÍSICA E QUÍMICA NUCLEARES**

**CNEN/SP  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
SÃO PAULO – BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IPEN

INIS Categories and Descriptors

E41.00

ALPHA PARTICLES

BORON

NEUTRON BEAMS

PARTICLE TRACKS

PHOTOGRAPHIC FILM DETECTORS

RADIATION DETECTORS

# DETERMINAÇÃO DE BORO EM SOLUÇÕES AQUOSAS, EMPREGANDO UM FEIXE DE NÊUTRONS FILTRADO, PELA TÉCNICA DO REGISTRO DE TRAÇOS

Marco Antonio Proença Vieira de Moraes, Reynaldo Pugliesi e  
Marília Tereza Freitas Cesar Khouri

## RESUMO

Foram determinadas concentrações de boro em soluções aquosas por meio da reação  $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$ . As medidas experimentais foram realizadas com um feixe de nêutrons filtrado e a análise das concentrações foi feita pela técnica de registro de traços. O filme detetor utilizado foi o CR-39, revelado numa solução de KOH (30%) a  $70^\circ\text{C}$  por um período de 90 minutos. Os resultados obtidos demonstraram a viabilidade da técnica na determinação de concentrações de boro a partir de 9 ppm. Foi calculado o fator de eficiência K de detecção dos traços nas soluções, para o CR-39 obtendo-se  $K = (4,60 \pm 0,06) \cdot 10^{-4} \text{ cm}$ .

## DETERMINATION OF BORON IN AQUEOUS SOLUTIONS BY SOLID STATE NUCLEAR TRACK DETECTORS TECHNIQUE, USING A FILTERED NEUTRON BEAM

### ABSTRACT

The solid state nuclear track detectors technique has been used for determination of boron in aqueous solutions, using a filtered neutron beam. The particles tracks from the  $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$  reaction were registered in the CR-39 film, chemically etched in a (30%) KOH solution at  $70^\circ\text{C}$  during 90 minutes.

The obtained results showed the usefulness of this technique for boron determination in the ppm range. The inferior detectable limit was 9 ppm.

The combined track registration efficiency factor K has been evaluated in the solutions, for the CR-39 detector and its values is  $K = (4,60 \pm 0,06) \cdot 10^{-4} \text{ cm}$ .

### 1. INTRODUÇÃO

A determinação de boro em materiais e em soluções é de muito interesse tanto do ponto de vista de pesquisa básica quanto tecnológica. Pequenas quantidades de boro são encontradas em águas naturais destinadas ao abastecimento humano e agrícola, sendo ainda essenciais ao

crescimento das plantas. O boro é comercialmente importante como aditivo metalúrgico<sup>(7)</sup> e o conhecimento de sua concentração em materiais utilizados em reatores nucleares se faz necessária, uma vez que o boro natural possui um isótopo, o  $^{10}\text{B}$ , com uma abundância isotópica de 19,8%, apresentando uma alta seção de choque para a reação  $^{10}\text{B}(n,\alpha)^7\text{Li}$  com nêutrons térmicos ( $\sigma = 3846 \text{ b}$  para  $v = 2200 \text{ m/s}$ ). Os produtos da reação, a partícula alfa e o núcleo de  $^7\text{Li}$  possuem energias de 1,47 MeV (93,6%); 1,77 MeV (6,4%) e 0,83 MeV (93,6%); 1,01 MeV (6,4%), respectivamente.

Esses produtos podem ser registrados em filmes plásticos especiais, sob a forma de traços, visíveis em microscópios ópticos comuns<sup>(3,5)</sup>.

O objetivo deste trabalho é determinar, por meio da técnica de registro de traços, concentrações de boro (ppm) em soluções aquosas, empregando um feixe de nêutrons filtrado.

Admitindo que o boro esteja distribuído homogeneamente nessas soluções, a quantidade de traços nos filmes será uniforme e a densidade média por área (traços/cm<sup>2</sup>) poderá ser obtida, avaliando-se uma pequena região representativa do filme.

Utilizamos como fonte de nêutrons, o reator de pesquisas IEA-R1 que opera à uma potência de 2 MW com um fluxo térmico de  $\sim 10^{13} \text{ n/cm}^2 \cdot \text{s}$  no caroço.

## II. PARTE EXPERIMENTAL

Foram preparadas 8 soluções padrão de ácido bórico ( $\text{H}_3\text{BO}_3$  — 99,8%) em água de ionizada nas concentrações de "0" (para avaliação da radiação de fundo) até 1000 ppm, correspondendo a 175 ppm de boro. Cada uma dessas soluções foi colocada em porta-amostras de alumínio de dimensões 4x3x2 cm, nos quais os filmes detectores foram colados em uma das faces, o que permitiu o seu íntimo contato com a solução. Cada um destes porta-amostras foi exposto perpendicularmente ao feixe de nêutrons, por um período médio de 4 horas, monitorado por uma câmara de fissão. O feixe de nêutrons usado na experiência foi extraído do "beam hole-3", no qual opera o espectrômetro de nêutrons "filtro de berílio-tempo de voo". No interior desse "beam hole"<sup>(4)</sup>, existem dois filtros, um de chumbo e um de berílio, cuja finalidade é minimizar a intensidade da radiação gama e a de nêutrons rápidos, o que é conveniente neste trabalho, pois interferem nas condições de revelação e contribuem para a radiação de fundo dos filmes, respectivamente<sup>(1)</sup>. As características do feixe de nêutrons extraído são: — fluxo de  $5 \cdot 10^5 \text{ n/cm}^2 \cdot \text{s}$ , medido pela técnica de ativação de folhas de ouro; — energia média dos nêutrons de 3,5 meV. Em trabalhos similares<sup>(2,6)</sup> outros autores, normalmente irradiam as amostras em colunas térmicas.

O filme detector utilizado foi o CR-39 (allyl-diglycol carbonate) de espessura 380  $\mu\text{m}$ , altamente sensível à radiação alfa<sup>(1)</sup>. Após a irradiação, os filmes foram revelados em uma solução de KOH (30%) à uma temperatura de  $(70 \pm 1)^\circ\text{C}$ . O tempo de revelação destes filmes foi determinado experimentalmente como sendo de 90 minutos, conforme os dados do Gráfico 1.

Os traços formam contados visualmente por meio de um microscópio óptico "Reichart" com um aumento de 500 x. Após a subtração da radiação de fundo, a densidade líquida de traços foi correlacionada com a concentração de boro em cada uma das soluções padrão, conforme mostra o Gráfico 2.

Posteriormente foram realizadas medidas para a verificação da reprodutibilidade dos resultados, tendo-se obtido variações de até 5%.

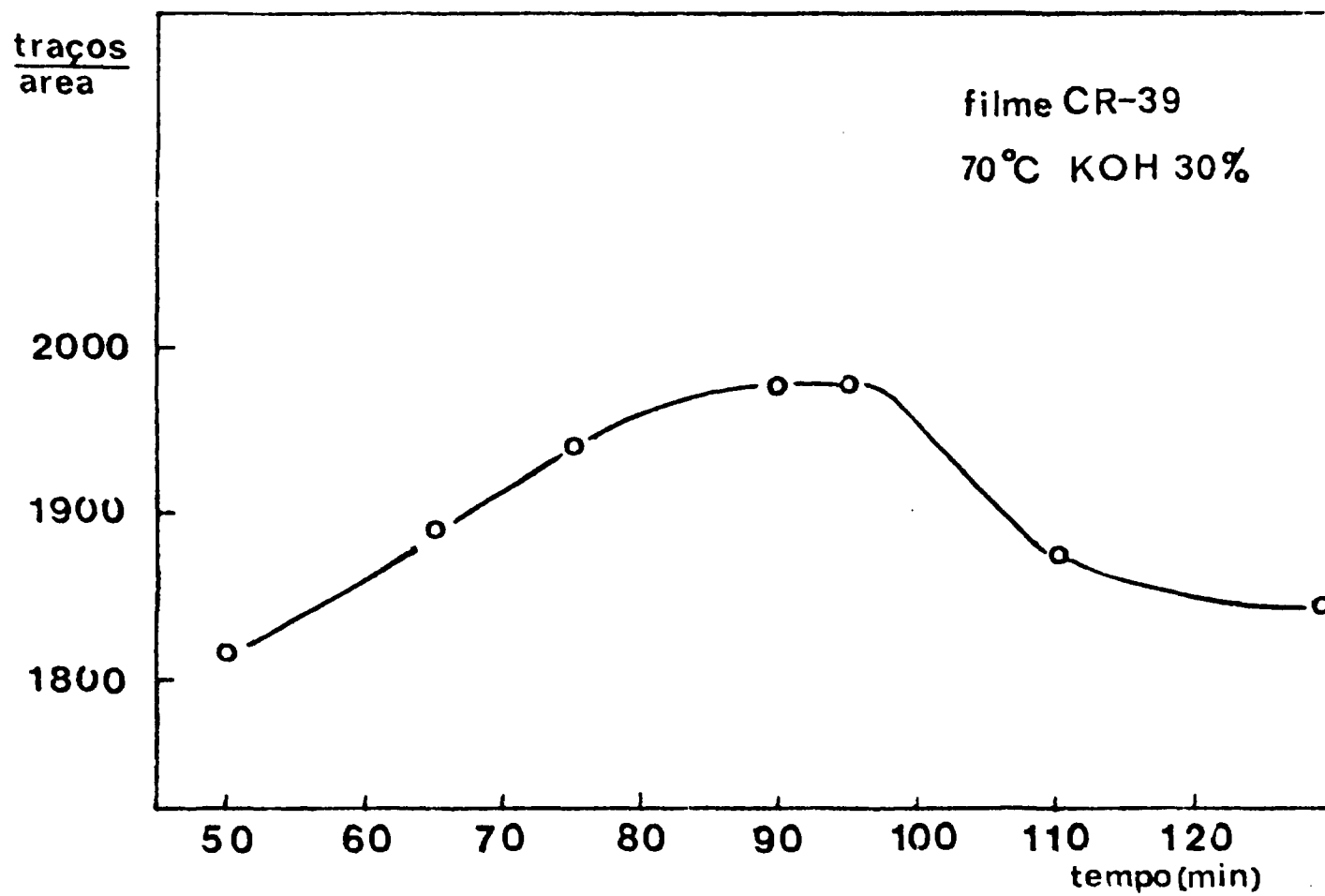


Gráfico 1 - Densidade de traços X tempo de revelação. Maior eficiência de detecção para  $t = 90$  min.

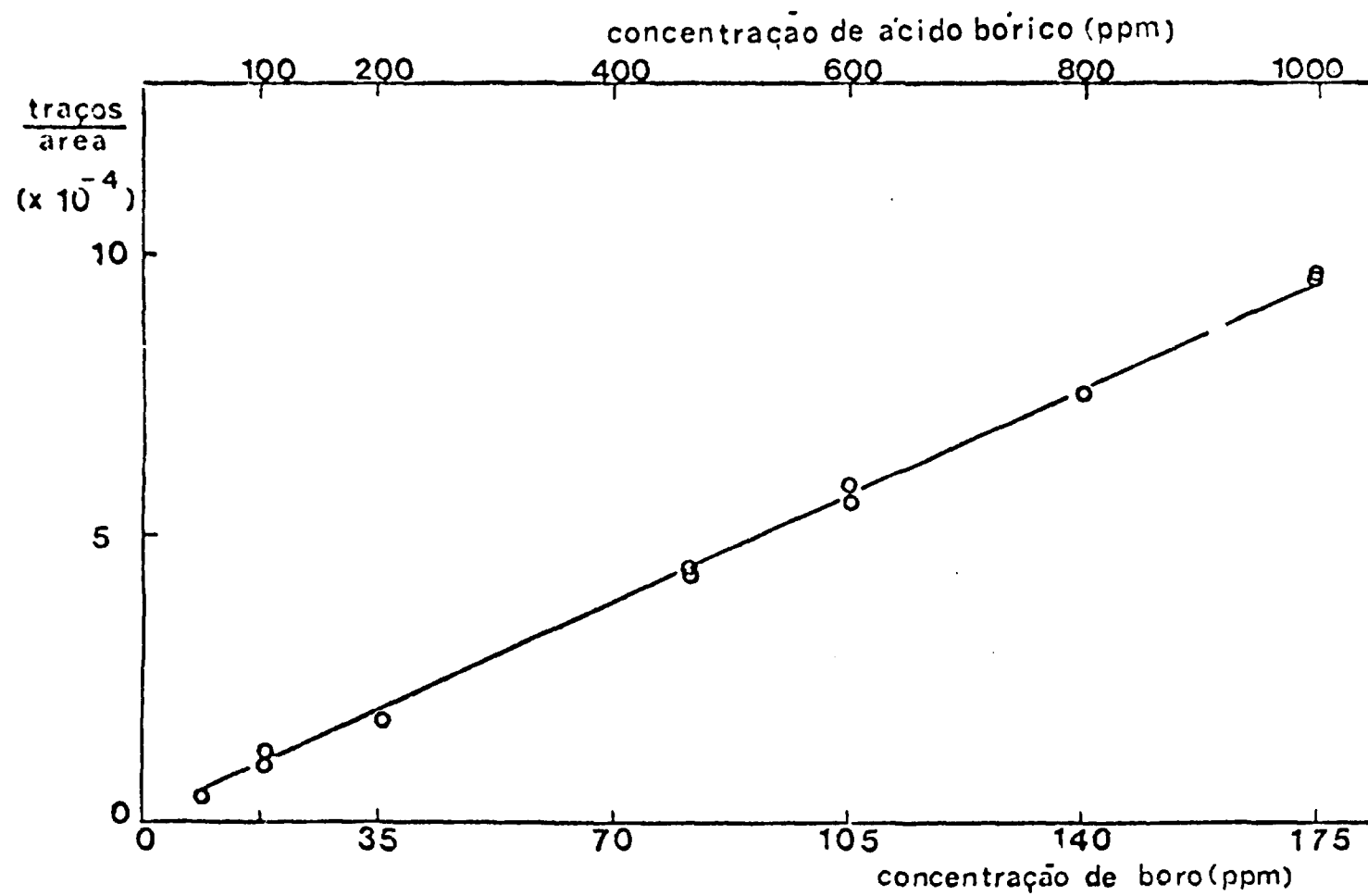


Gráfico 2 - Comportamento linear entre a densidade líquida de traços X concentração de Boro no intervalo de 9 à 175 ppm.

### III. ANÁLISE DOS RESULTADOS

Observou-se do Gráfico 2, um comportamento linear entre as densidades de traços e as concentrações de boro no intervalo de 9 à 175 ppm (50 – 1000 ppm de ácido bórico).

Teoricamente a densidade de traços "D" obedece a uma relação linear em função da concentração "C" dada por<sup>(2)</sup>:

$$(1) \quad D = \frac{K a N_o \sigma \phi t}{A} \times C \quad \text{com}$$

D = densidade de traços (traços/cm<sup>2</sup>)

K = fator de eficiência para o registro de traços na solução relacionado ao alcance médio sensível da partícula na solução;

a = percentagem isotópica do <sup>10</sup>B (19,8%)

N<sub>o</sub> = nº de Avogadro

σ = secção de choque microscópica do <sup>10</sup>B para absorção de nêutrons na energia de 3,5 meV (σ ≈ 10 000 b)

φt = fluxo integrado de nêutrons (1,05 · 10<sup>10</sup> n/cm<sup>2</sup>) (normalizado)

A = número de massa do boro (10,81)

C = concentração de boro (g/cm<sup>3</sup>)

Foi feito um ajuste, por mínimos quadrados, aos pontos experimentais do Gráfico 2 e obteve-se como resultado a equação: D (traços/cm<sup>2</sup>) = (547 ± 7) C (ppm) + (-153 ± 717). À partir da inclinação desta reta, calculou-se para K o valor de (4,60 ± 0,06) · 10<sup>-4</sup> cm. Este valor pode ser utilizado para a determinação desta constante em outra solução, na qual o boro esteja dissolvido, comparando as densidades de traços entre dois padrões: um deste trabalho (D) e outro dessa outra solução (D<sub>x</sub>) pois a equação (1) é válida em ambos os casos, ou:

$$K_x = \frac{D_x}{D} \times \frac{C}{C_x} \times K$$

O conhecimento desse valor K<sub>x</sub>, possibilita a extensão do método sem que haja, a necessidade de se obter novas curvas de calibração, bastando medir apenas um único padrão de cada solução. Além disso, permite o emprego desta técnica como um método alternativo na determinação de baixos fluxos de nêutrons<sup>(2)</sup>.

A concentração mínima de boro medida foi de 9 ppm, limitada pela radiação de fundo do filme, causada por nêutrons rápidos (prótons de recuo) e por outras reações competitivas (n,α) e (n,p) devido à presença na solução, porta-amostra e no próprio filme, de elementos tais como: nitrogênio, oxigênio, enxofre, cálcio, potássio<sup>(6)</sup>. O limite superior da concentração que pode ser mensurável pela técnica utilizada, dependerá da solubilidade do ácido bórico na água.

A simplicidade na preparação das amostras, aliada aos resultados obtidos, demonstraram a viabilidade da sistemática utilizada neste trabalho, para a determinação de boro em soluções a partir de 9 ppm.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. CARTWRIGHT, B. G.; SHIRK, E. K.; PRICE, P. B. A nuclear track recording polymer of unique sensitivity and resolution. *Nuclear Instruments and Methods*, 153:457, 1978.
2. CHAUDHURI, N. K.; MAHAJAN, G. R.; IYER, R. H. Nuclear track registration in solid state track detectors immersed in solutions determination of boron in complex matrices. *Nuclear Instruments and Method*, 157:545-550, 1978.
3. FLERSCHER, R. L.; PRICE, P. B.; WALKER, R. M. *Nuclear tracks in solids*, California, University of California, 1975.
4. MESTNIK FILHO; VINHAS, L. A.; FULFARO, R. An alternative method of determining the Chopper transmission function. *Nuclear Instruments and Methods*, 224:149-152, 1984.
5. MORAES, M. A. P. V. de *Deteção de radônio em solos por meio de técnica de detetores de traços de estado sólido*. São Paulo, 1982. (Dissertação de mestrado, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares.
6. PILIONE, L. J; CARPENTER, B. S. Nuclear track determination of lithium and boron in various matrices. *Nuclear Instruments and Methods*, 188:639-646, 1981.
7. SALES, H. B. *Determinação de boro em soluções aquosas pelo método da ativação indireta com nêutrons de uma fonte de Am/Be*. Recife, 1981. (Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Pernambuco).