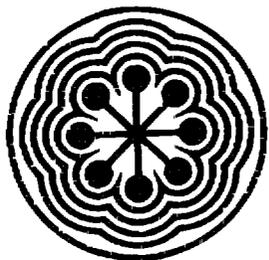


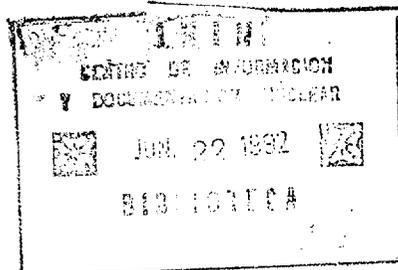
DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PARA  
DETERMINAR RADON-222 MEDIANTE ESPECTROSCO-  
PIA ALFA

**instituto nacional de investigaciones nucleares**



**INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES**

**DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO.**



**DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PARA DETERMINAR  
RADON-222 MEDIANTE ESPECTROSCOPIA ALFA.**

**GERENCIA DE INVESTIGACION BASICA.**

**INFORME IB-92-01.**

**FEBRERO DE 1992.**

**DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN SISTEMA PARA DETERMINAR**

**RADON-222 MEDIANTE ESPECTROSCOPIA ALFA.**

**J. BONIFACIO, J.L. ITURBE.**

**GERENCIA DE INVESTIGACION BASICA**

**DIRECCION DE INVESTIGACION Y DESARROLLO**

**INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES**

**GERENCIA DE INVESTIGACION BASICA**

**INFORME IB - 92 - 01**

**FEBRERO DE 1992**

## INTRODUCCION

El gas radón es un descendiente de las series radiactivas naturales, el cual esta presente en toda la corteza terrestre. El nivel de radón en aguas subterráneas que eventualmente son utilizadas para consumo humano, proviene principalmente de la roca que conforma el acuífero. Aquellos acuíferos que se encuentran asociados a rocas ígneas o a rocas metamórficas son los que presentan mayores niveles de radón.<sup>(1)</sup>

En la atmósfera, la concentración de radón esta gobernada por la intensidad de la fuente que lo genera y por factores de dilución, siendo afectados fuertemente por las condiciones meteorológicas. La principal fuente de radón atmosférico es la superficie terrestre, aunque existen contribuyentes secundarios como los oceanos, el gas natural, los fluidos geotérmicos, los gases volcánicos, la ventilación de cavernas y minas uraníferas o la combustión de carbón.

Cualquier fenómeno que ocurra en el subsuelo y que sea capaz de liberar o inhibir la concentración de radón en el suelo podrá ser registrado por el método indirecto para medir la concentración de radón. Debido a que la concentración de radón en el suelo, es muy baja y por otro lado depende de parámetros meteorológicos, es importante llevar el monitoreo durante períodos largos, de manera que puedan ser reconocidos las contribuciones de radon, debidas a fenómenos externos, de aquellos que marcan una señal del subsuelo.

El monitoreo del gas radón y la de sus descendientes radiactivos en aire es importante debido a que se ha asociado con el aumento de riesgo de cancer pulmonar principalmente en minas uraníferas.

Además las medidas de radón en aire, agua y suelo son de gran interés puesto que en la actualidad se están realizando estudios sobre la vigilancia de erupciones volcánicas, sismos, para la exploración geotérmica y para investigaciones fundamentales en geología y geofísica. Estos estudios han permitido utilizar al radón natural como una herramienta de investigación, así como trazador de fluidos terrestres.<sup>(2)</sup>

Existen generalmente dos métodos para medir al radón: a) Colectando radón como un gas y b) Colectando a sus descendientes en filtros o en electrodos cargados negativamente. El gas debe ser relativamente concentrado por absorción en filtros apropiados de carbón activado en frío (temperatura de hielo seco) o bien enfriando con oxígeno líquido donde el colector de carbón posteriormente es calentado el cual fluye con un gas portador, para llevarlo dentro del sistema de conteo.<sup>(1,3)</sup>

Otra técnica que se utiliza para detectar al gas radón consiste en un sistema de centelleo usando un detector de ZnS activado con Ag. La base fundamental de este tipo de medición se basa en que el número de fotones producidos es directamente proporcional a la energía total disipada por la radiación en el interior del sistema, siendo la detección de estos centelleos de luz que serán transformados en pulsos eléctricos por un tubo fotomultiplicador.<sup>(4-8)</sup>

Un método alternativo para el conteo de gas radón es realizando la disolución del gas en un disolvente orgánico y determinando la radiactividad en un contador de centelleo líquido. Este método tiene una alta eficiencia especialmente en los efectos de la pared y los rayos  $\beta$  del  $^{214}\text{Bi}$  y  $^{214}\text{Pb}$ , también son detectados, donde la sencillez y el costo son factores importantes.<sup>(9-15)</sup>

La detección de partículas alfa con detectores de barrera superficial, permiten el uso de una espectroscopía de alta resolución, el cual nos permite separar e identificar cada una de las energías alfa de los descendientes del  $^{222}\text{Rn}$ .

Varios investigadores han construido sistemas para medir la concentración de radón y torio, utilizando detectores de barrera superficial, la muestra de gas radiactivo se pasa a través de un filtro de carbón activado y el gas es llevado hacia una cámara de detección, donde la radiactividad alfa es detectada; este sistema se construyó para mediciones de calibración de radón y torio.<sup>(16,17,18)</sup>

Otro sistema que se utilizó para medir radón, es por medio de una cámara de ionización en muestras generales. Las mediciones de radón mediante esta técnica se ven influenciadas por la radiactividad de sus descendientes de vida media corta, especialmente por los isótopos de polonio, los cuales también son emisores de partículas beta, y que son detectados en dicha cámara.<sup>(1)</sup>

Otros investigadores establecieron un método alternativo para detectar al radón, el cual consiste de un filtro formado de una lámina de plástico de nitrato de celulosa el cual se coloca por un período de exposición determinado sobre la superficie a medir, posteriormente la lámina de plástico es atacada con una solución cáustica para producir un orificio a lo largo del camino seguido por partículas alfa. Este método es simple, barato y tiene un fondo de cero.<sup>(19)</sup>

Un método para la cuantificación del radón que no ha sido muy utilizado es la detección del  $^{214}\text{Bi}$ , que es un isótopo que proviene del  $^{222}\text{Rn}$ , el cual emite rayos gamma y que pueden ser detectados con un cristal de NaI o un detector de Ge-Li. Las energías que se utilizan para cuantificar al radón mediante este isótopo son de 0.61 y 1.76. *MeV*  
(20)

El estudio del presente trabajo consiste en diseñar un sistema para medir gas  $^{222}\text{Rn}$ , utilizando un detector de barrera superficial, con el objeto de obtener una medida más precisa de este isótopo mediante un espectro de partículas alfa y así tratar de evitar la

influencia de la radiactividad de los descendientes de vida media corta, los cuales también son emisores de partículas alfa, ya que por otros métodos se deben de hacer una serie de correcciones para obtener el valor real de la actividad del radón.

## PROPIEDADES GENERALES DEL RADON

### 1.1).- PROPIEDADES FISICAS.

El número atómico del radón es 86, es el elemento más pesado dentro del grupo de los gases raros, gas noble, incoloro e inodoro, su configuración electrónica en la última capa externa es de  $6s^2 6p^6$ .<sup>(21)</sup>

Comparado con los demás gases nobles, el radón tiene la masa más grande y presenta los puntos de ebullición y fusión más altos, así como los valores más elevados de temperatura, presión crítica y calor de vaporización. No existen isótopos estables del radón, por lo tanto sus propiedades químicas se han estudiado con cantidades imponderables de este elemento. Es soluble en agua fría y su solubilidad decrece cuando se incrementa la temperatura.

### 1.2).- PROPIEDADES QUIMICAS.

La capacidad de los gases nobles para entrar en combinación con otros átomos es limitada, sin embargo algunos estudios recientes han mostrado que el radón puede reaccionar espontáneamente con fluoruros gaseosos a temperatura ambiente y con flúor líquido a  $-195\text{ }^\circ\text{C}$ . La energía de activación de las reacciones químicas se obtiene a partir de la intensa radiactividad alfa que produce iones y átomos excitados.

L. Stein en 1973 diseñó un equipo en el laboratorio para atrapar radón, utilizando compuestos químicos de  $O_2SbF_6$  y  $IF_6SbF_6$ . Su importancia se basa en que los compuestos formados de radón pueden ser muy prometedores para eliminar este elemento del aire.<sup>(1,23)</sup>

### 1.3).- PROPIEDADES NUCLEARES.

El radón es un gas radiactivo que emite partículas alfa y se genera en la naturaleza como producto de decaimiento de las series radiactivas naturales. Existen tres isótopos radiactivos de radón el  $^{222}\text{Rn}$ ,  $^{220}\text{Rn}$  y  $^{219}\text{Rn}$ , todos ellos emisores de partículas alfa, estos isótopos provienen de las series radiactivas naturales el  $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$  y  $^{235}\text{U}$  respectivamente. Las cuales se encuentran representadas en las figuras 1, 2 y 3.

Como se puede observar en las figuras de las tres series radiactivas, los isótopos del radón son producidos a partir de los isótopos de radio. A su vez los isótopos de radón dan origen a otros isótopos que son emisores de partículas alfa y beta hasta dar origen a isótopos de plomo estable en cada serie.

En la tabla 1 se presentan algunas características nucleares de los isótopos del radón incluyendo sus vidas medias.

SERIE	NUCLIDO	PARTICULA EMITIDA	$t_{1/2}$	$\lambda$	ENERGIA (Mev)
$4n + 2$	$^{222}\text{Rn}$	$\alpha$	3.82 d	$2.1 \times 10^{-6}$	5.49
$4n + 3$	$^{219}\text{Rn}$	$\alpha$	3.92 s	0.177	6.81, 6.55 y 6.42
$4n$	$^{220}\text{Rn}$	$\alpha$	54 s	0.0135	6.29

TABLA 1.- Características nucleares de los isótopos radiactivos del radón.

De los tres isótopos de radón el más importante para fines prácticos es el  $^{222}\text{Rn}$ , el cual es miembro de la serie de decaimiento del  $^{238}\text{U}$ , seguido por tres progenitores de vida media larga el  $^{234}\text{U}$ ,  $^{230}\text{Th}$  y  $^{226}\text{Ra}$ . El  $^{222}\text{Rn}$  decae emitiendo partículas alfa de 5.49

*MeV* y tiene una vida media de 3.8 días, que a su vez se originan, tres emisores de partículas alfa el  $^{218}\text{Po}$ ,  $^{214}\text{Po}$  y  $^{210}\text{Po}$  cuyas energías son de 6.0, 7.69 y 5.3 *MeV* respectivamente.

Menos importante que el  $^{222}\text{Rn}$  en situaciones prácticas es el  $^{220}\text{Rn}$ , este isótopo es un producto de decaimiento de la serie del  $^{232}\text{Th}$ , el  $^{220}\text{Rn}$  tiene una vida media de tan solo 54 segundos y emite una partícula alfa de 6.29 *MeV*. El tercer isótopo que se encuentra en la naturaleza es el  $^{219}\text{Rn}$ , el cual es un producto de decaimiento de la serie del  $^{235}\text{U}$ , tiene una vida media de 3.9 segundos y emite tres partículas alfa de 6.81, 6.55 y 6.42 *MeV*. (1,3,23)

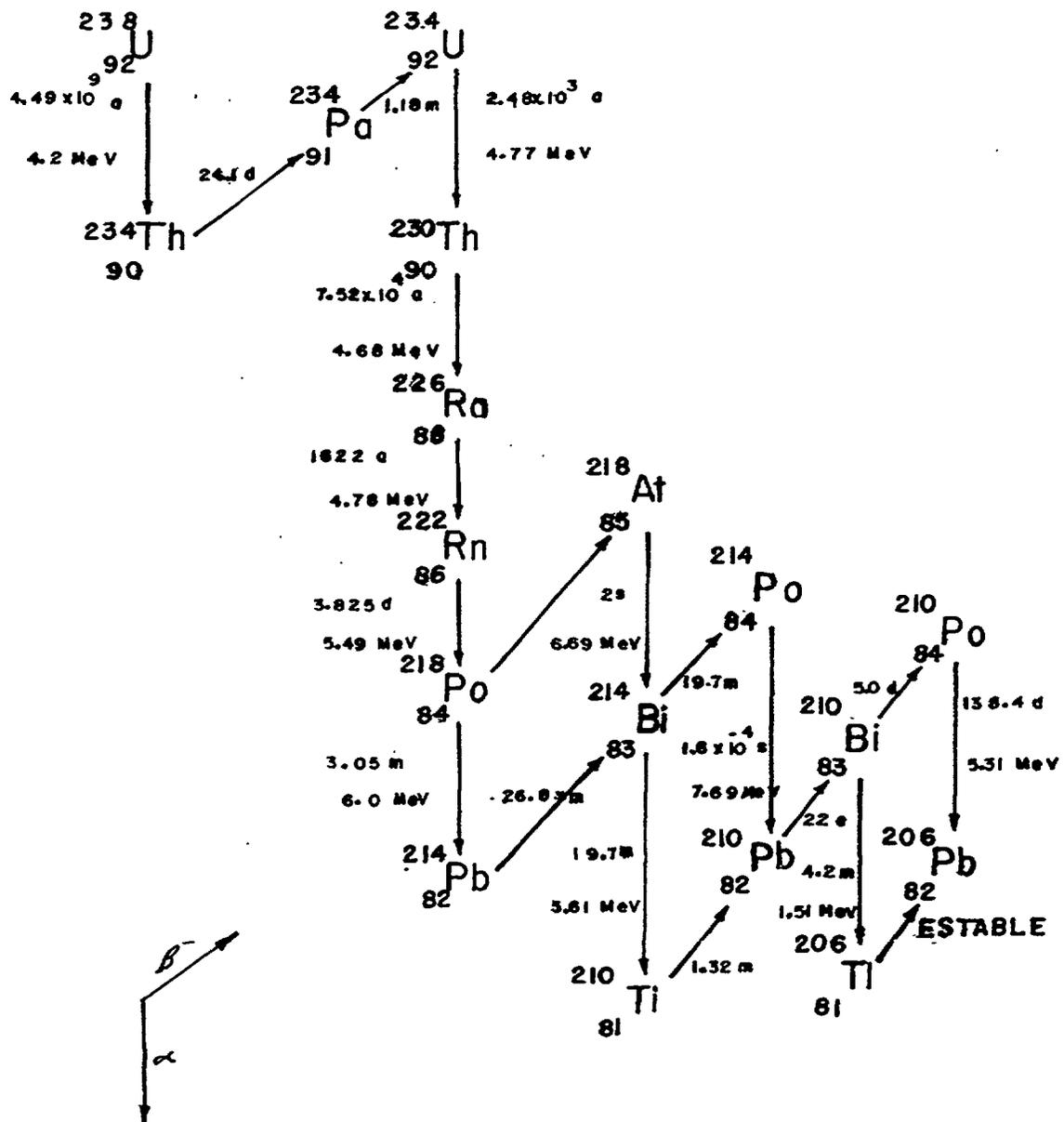


Fig. 1 Serie radiactiva natural del uranio ( $4n+2$ ).

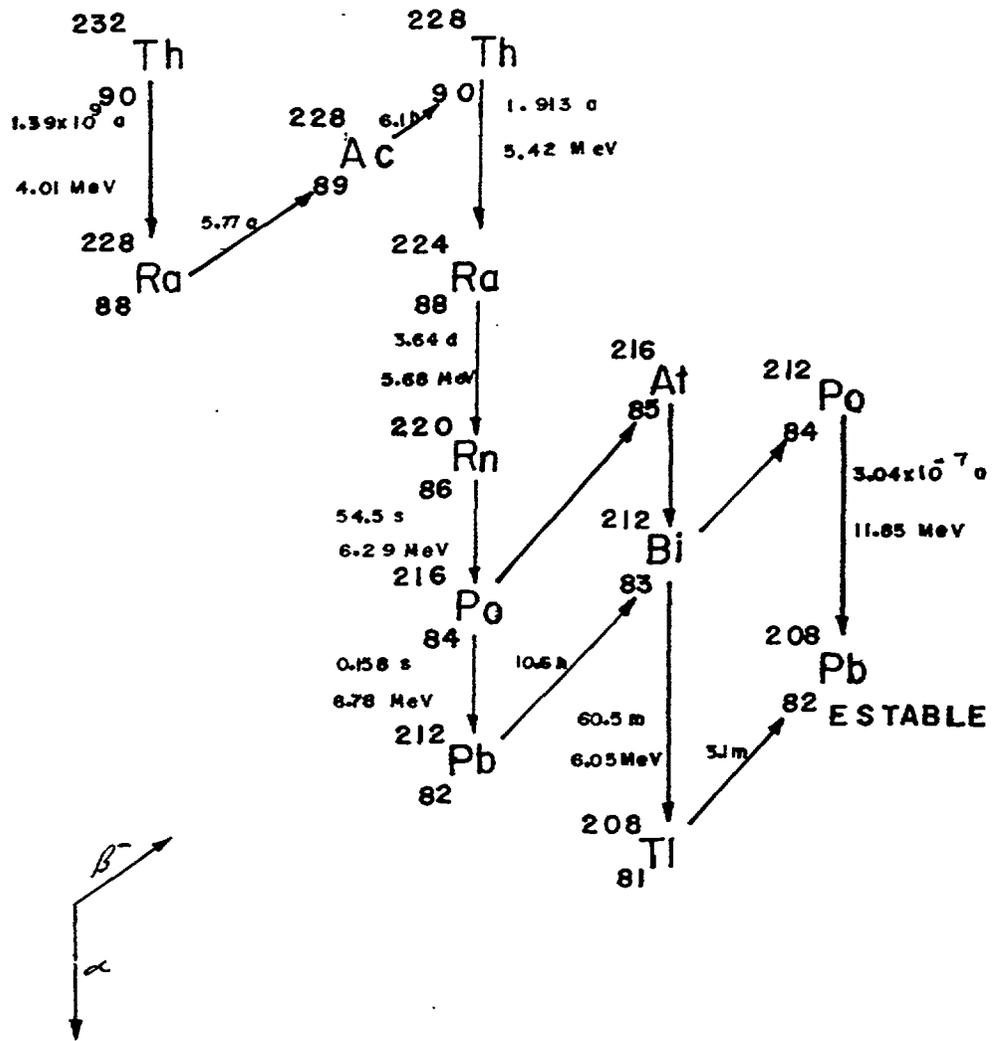


Fig. 2 Serie radiactiva natural del torio (4n).

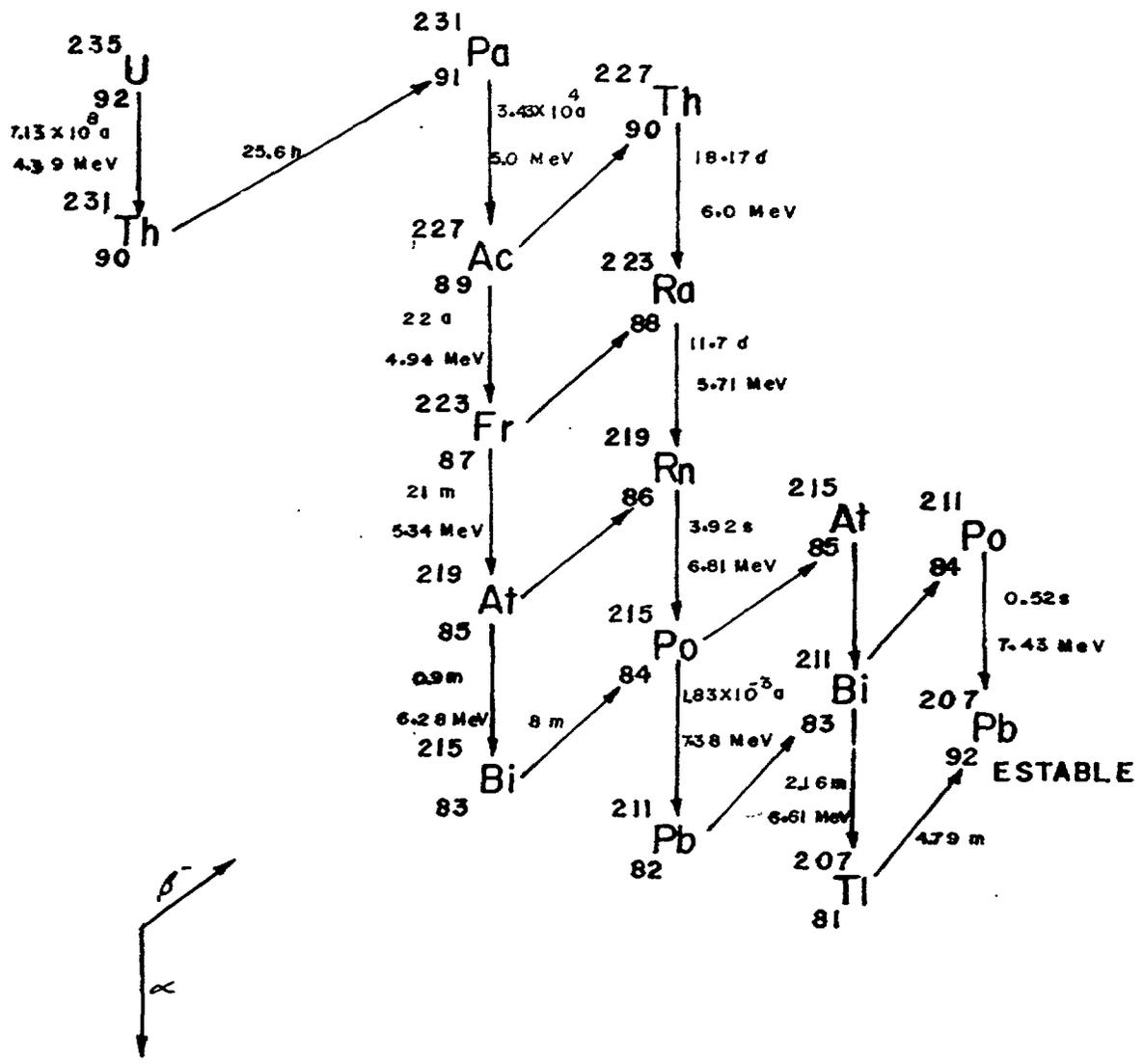
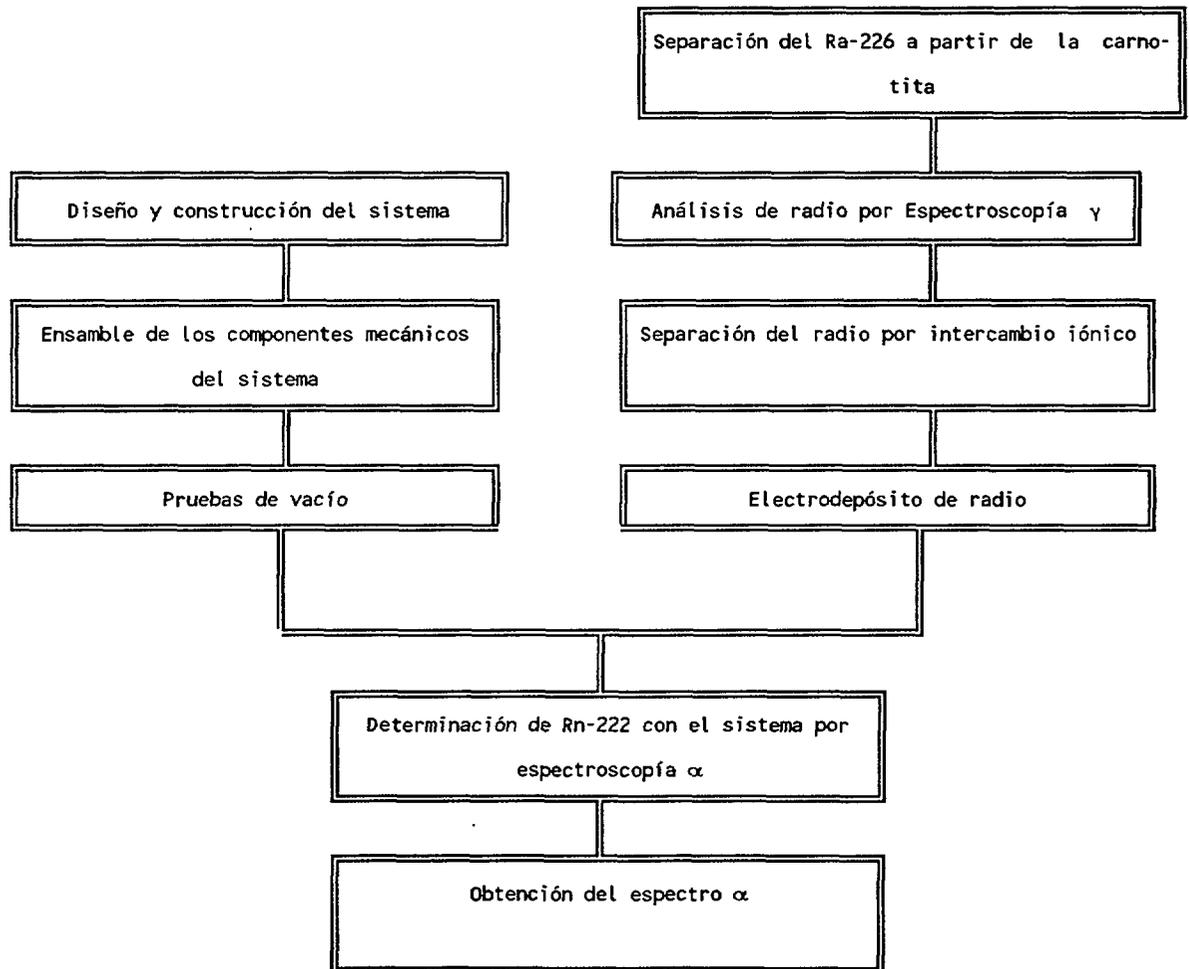


Fig. 3 Serie radiactiva natural del actinio (4n+3).

## PARTE EXPERIMENTAL

### DIAGRAMA DEL FLUJO EXPERIMENTAL



## **2.1).- DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL SISTEMA.**

### **2.1.1).- DISEÑO DEL SISTEMA.**

Debido a que el radón es un gas radiactivo, y que los métodos que existen actualmente para detectarlo en su mayoría son métodos indirectos, es decir que la radiactividad medida en alguna muestra ya sea sólida o líquida no corresponde a la del radón, sino que es la integral de la que ocasiona el mismo radio-226, así como la radiactividad de los isótopos descendientes del radón, el objetivo de este trabajo es diseñar un sistema que permita medir al gas radón-222 y poder diferenciar las energías, tanto del radio-226 que lo origina, como las energías de sus descendientes y así poder tener una medida más precisa de la radiactividad alfa emitida por este isótopo.

El sistema consiste de un recipiente hermético que permita almacenar al gas radón de tal manera que la radiactividad total de este isótopo sea detectada, para lo cual se tiene una fuente de radio-226 dentro del mismo sistema que genera al radón y que las partículas alfa del isótopo de radio no sean detectadas.

Dentro de este sistema se coloca un detector de barrera superficial, ya que este tipo de detectores son utilizados para detectar partículas alfa y así obtener un espectro de este tipo de radiactividad y poder analizarlo.

### **2.1.2).- PARTES DEL SISTEMA.**

Las partes principales y medidas de que está formado el sistema para detectar al radón-222, así como las funciones de cada una de estas partes se describen a continuación.

### 1).- CAMARA DEL SISTEMA.

La cámara del sistema, es un contenedor cilíndrico de acero inoxidable de 19.5 mm de diámetro exterior por 51 mm de longitud con un espesor de 5 mm, como se muestra en la figura 4-A, es de un corte longitudinal con un acabado de espejo en ambas partes de la cámara.

La cámara interior tiene 10 mm de diámetro por 35 mm de longitud, en uno de los extremos se encuentra cerrado formando la base del contenedor. En la parte superior externa está provista de una cuerda de 11 mm de longitud, para ser cubierta por la tapa del sistema; así mismo por la parte interna tiene una ceja de 19 mm de diámetro por 11 mm de profundidad, que será para soportar al detector, esta ceja a la vez cuenta con una caja para la entrada de un o'ring de 15.5 mm de diámetro por 2 mm de grosor, para así sellar al detector de barrera superficial con la cámara del sistema y evitar una posible fuga de gas radón.

A una distancia de 15 mm del costado de la base de la cámara se le hizo un orificio de 0.5 mm de diámetro, y se soldó con un tubo enroscado de acero inoxidable de 10 mm de diámetro exterior por 10 mm de longitud. Este tubo también tiene un diámetro interior de 0.5 mm y sirve para conectar a la válvula.

Esta cámara sirve de contenedor, para determinar el gas radón-222 que se está generando a partir de un patrón de radio-226 electrodepositado en un disco de acero inoxidable, contenido en la base del contenedor y es medido directamente por el detector de barrera superficial.

La figura 4-B representa una perspectiva isométrica de la cámara del sistema, en esta figura también se observan todas las características de que está formada dicha cámara.

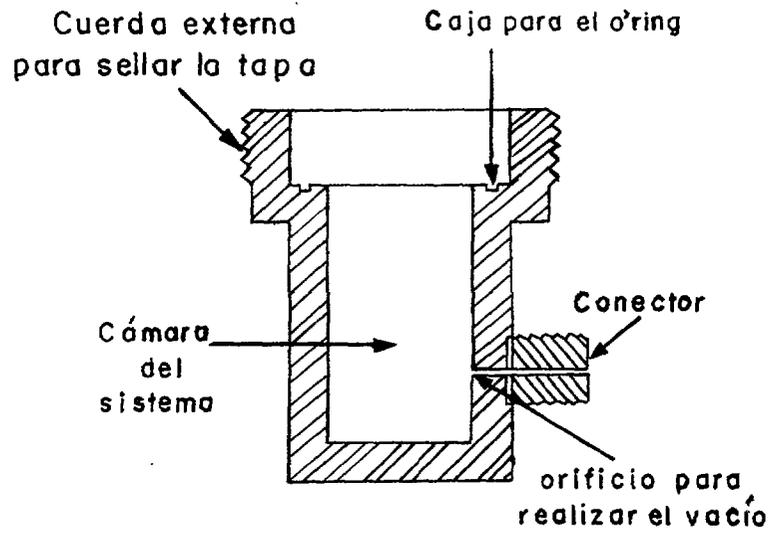


FIGURA 4-A.- Corte longitudinal de la cámara del sistema.

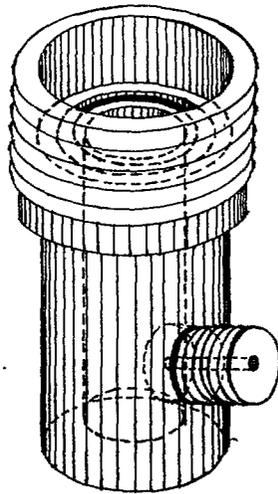


FIG. 4-B.- Perspectiva isométrica de la cámara del sistema

## 2).- TAPA DEL SISTEMA.

Esta parte del sistema como se muestra en la figura 5-A, es una tapa cilíndrica de acero inoxidable de 41.5 mm de diámetro por 14.5 mm de longitud es de un corte longitudinal, con un acabado de moletado fino en la parte exterior de la tapa.

Por la parte interna de la tapa tiene cuerda de 11 mm de profundidad para sellar la cámara del sistema. Además la tapa tiene un orificio en el centro de 14 mm de diámetro por 1.5 mm de grosor, para la salida del detector de barrera superficial, así mismo alrededor del orificio cuenta con una caja donde se colocó un o'ring de 19 mm de diámetro por 2 mm de grosor, para así sellar al detector cuando es comprimido por la tapa del sistema. La tapa sirve principalmente para sellar al contenedor y el contenedor al sensor.

La figura 5-B representa una perspectiva isométrica de la tapa del sistema, en esta figura se muestra de una forma general tal y como es la tapa con todas sus características.

## 3).- VALVULA.

El tipo de válvula que se utilizó para este caso se muestra en la figura 6, es un accesorio o dispositivo de cierre y abertura para el paso de gases por tubería, está hecho de latón y tiene un diámetro interior de 2 mm a lo largo del orificio. Este tipo de válvula está limitada a las temperaturas y presiones apropiadas que permiten al material ajustarlo, las partes principales de que está formada la válvula son: El conector, cuerpo, niple y la manija.

La válvula sirve principalmente para abrir y/o cerrar o para impedir un flujo inverso cuando sea el caso necesario, además se utiliza para sellar al sistema cuando se tenga el vacío deseado. <sup>(24)</sup>

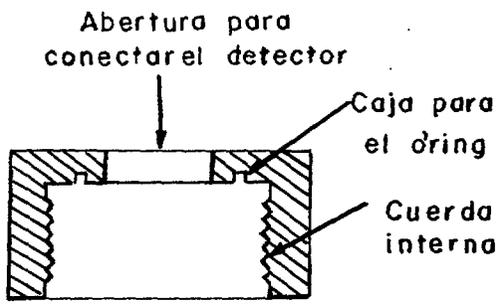


FIGURA 5-A.- Corte longitudinal de la tapa del sistema.

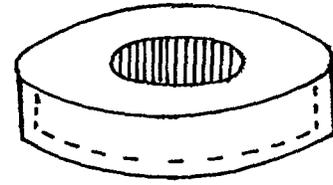


FIG. 5-B.- Perspectiva isométrica de la tapa del sistema.

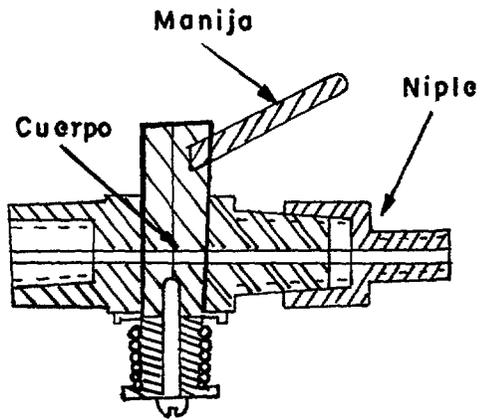


FIGURA 6.- Partes de la válvula

### **2.1.3).- ENSAMBLE DEL SISTEMA.**

En la figura 7 se muestra el ensamble total del sistema con todos sus componentes que lo forman, así también se presenta el ensamble del detector de barrera superficial junto con el equipo de espectroscopía alfa, para determinar al gas radón-222. Al sistema ya ensamblado como se muestra en esta figura se le realizaron pruebas preliminares de vacío, antes de ser utilizado en la detección del gas radón. Estas pruebas se enuncian más adelante en la técnica de detección de fugas.

### **2.1.4).- PRUEBA DE VACIO AL SISTEMA.**

Al sistema ya ensamblado con todos sus componentes, junto con el detector de barrera superficial se le realizaron pruebas de vacío. Antes de colocar el disco sobre el cual se encuentra electrodepositado el radio-226.

#### **A).- METODO PARA LA DETECCION DE FUGAS.**

Se bombea en el detector de fugas hasta la presión deseada, después el sistema a probar se evacúa con una bomba adicional mecánica, del mismo sistema del detector aislado con una válvula. Ya obtenida la presión deseada, se abre la válvula comunicando la pieza a probar con el detector, se procede a esparcir helio con una boquilla adecuada en los lugares que se presume que hay fuga.

El montaje que se hace de la pieza a probar en el detector fue lo más adecuado, línea de diámetro apropiado, distancia lo más corto posible, grasa para vacío de buena calidad, así como también la forma de probar con helio, siendo la más adecuada al empezar de la parte superior a la inferior. <sup>(25)</sup>

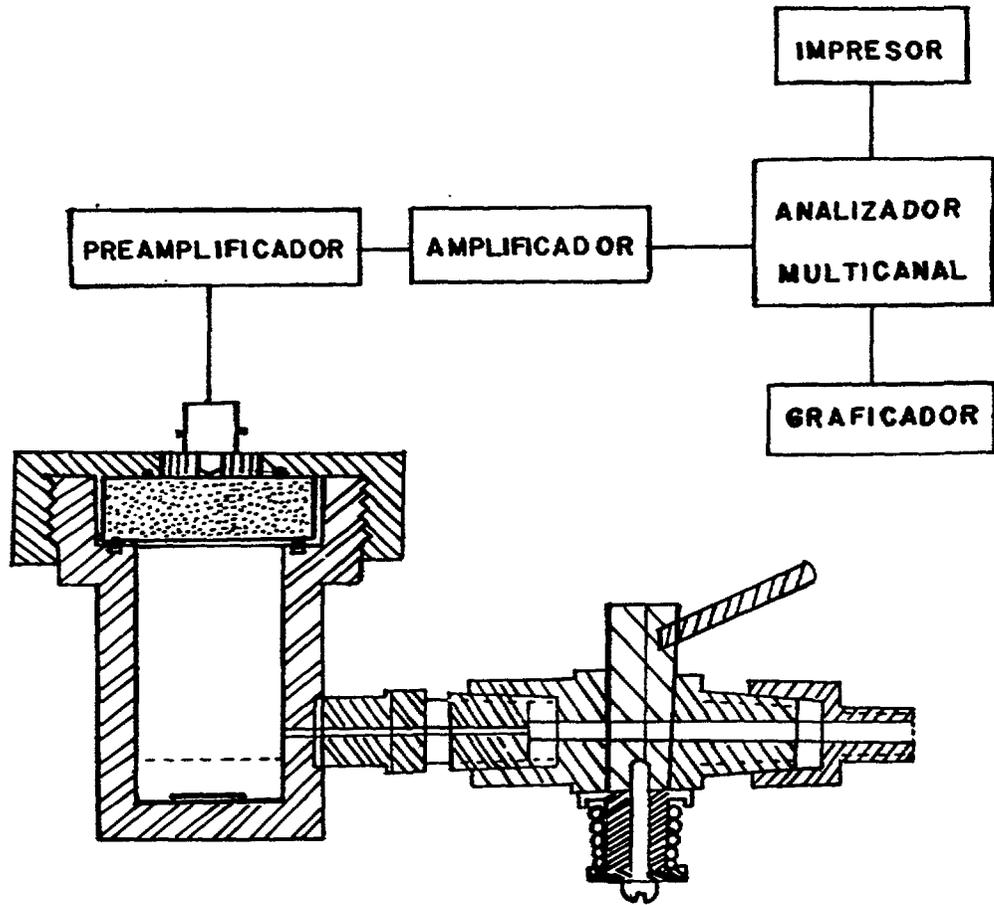


FIGURA 7.- Sistema mecánico para determinar  $^{222}\text{Rn}$ .

En el sistema se encontraron tres fugas principalmente.

- 1).- Fuga en el o'ring que se encuentra en la parte superior del detector, está se corrigió cambiando el o'ring por uno de 19 mm de diámetro.
- 2).- Fuga en la rosca de la cámara del sistema donde va comprimida con la tapa, que se corrigió cubriendo la rosca de la cámara con cinta de teflón.
- 3).- Fuga en el conector del detector, también se corrigió sellando el conector con épxi para vacío.

Una vez corregidas las fugas, las lecturas que se obtuvieron fueron de  $1 \times 10^{-5}$  bar, después de una hora de bombeo.

## **2.2).- SEPARACION DEL RADIO-226 A PARTIR DE LA CARNOTITA.**

### **2.2.1). MATERIAL Y EQUIPO.**

Los reactivos utilizados en el presente trabajo fueron de grado analítico y no requirieron de purificación antes de usarse, todas las soluciones se prepararon con agua desionizada.

Las columnas para el intercambio iónico fueron de vidrio Pyrex, provistas de una llave de paso en la parte inferior y un embudo de adición en la parte superior.

### **A.1).- CALIBRACION DEL ESPECTROMETRO GAMMA.**

El equipo multicanal se calibró con muestras patrón que contienen los isótopos radiactivos mostrados en la tabla NO 2. En donde la primera columna describe a los isótopos y la segunda columna la energía gamma que emiten estos isótopos.

ISOTOPO	ENERGIA (Kev)
<sup>241</sup> Am	60
<sup>22</sup> Na	511
<sup>137</sup> Cs	662

**TABLA 2.- Isótopos radiactivos utilizados para calibrar el sistema de detección gamma.**

En la figura 8 se muestra la curva de calibración obtenida con los isótopos de energía conocida, para obtener la energía del radio-226 tanto electrodepositado sobre el disco de acero inoxidable, como de las soluciones antes y después de la electrólisis, se realizó mediante el pico gamma de 185 *Kev*.<sup>(26)</sup>

#### B.1).- CALIBRACION DEL ESPECTROMETRO ALFA

El equipo multicanal se calibró con isótopos de uranio natural, los cuales se muestran en la tabla NO 3, y que indica en la primera columna a los isótopos del uranio, en la segunda columna está representada su energía y finalmente en la tercera columna el canal donde aparece cada energía.

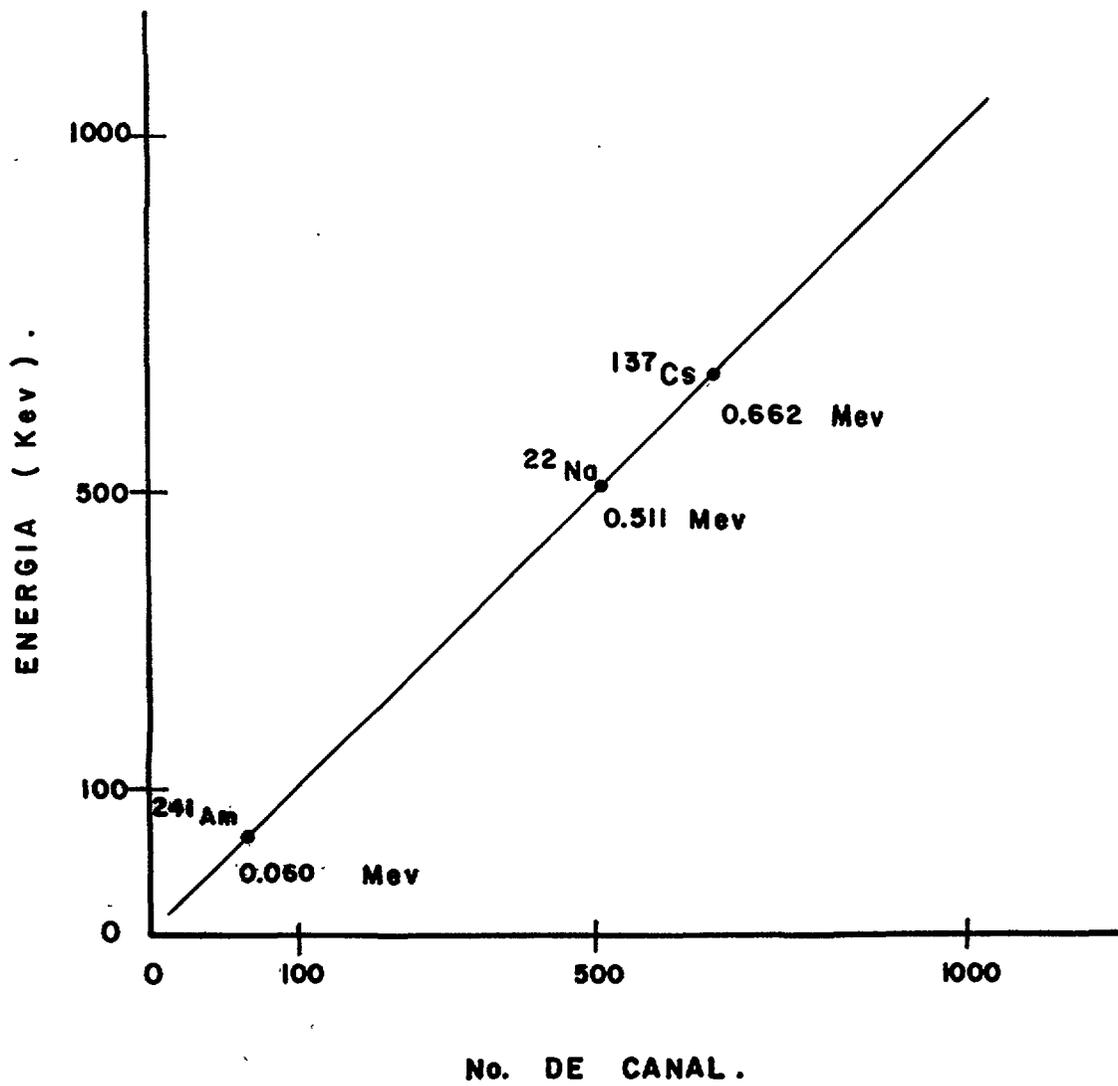


FIGURA 8.- Curva de calibración del espectrómetro gamma.

ISOTOPO	ENERGIA (Mev)	CANAL
$^{238}\text{U}$	4.20	421
$^{235}\text{U}$	4.39	442
$^{234}\text{U}$	4.77	478

**TABLA 3.- Isótopos emisores de partículas alfa utilizados como fuente patrón para calibrar el equipo multicanal**

En la figura 9 se muestra la curva de calibración obtenida con estos isótopos de uranio.

#### **2.2.2).- OBTENCION DEL PATRON DE RADIO-226.**

##### **DIGESTION DE LA CARNOTITA.**

Se pesaron 20 gr del mineral carnotita y se determinó la radiactividad en el espectrómetro gamma, se le adicionaron 40 ml de  $\text{HNO}_3$  concentrado y se llevó a sequedad. Posteriormente se adicionaron 10 ml de  $\text{HNO}_3$ , y se pasó a un vaso de Teflón de 250 ml y se llevó a sequedad nuevamente para así pasar los componentes de la carnotita en forma de nitratos. Luego se adicionaron 10 ml de  $\text{HF}$  al 30 % y se llevó nuevamente hasta sequedad para la eliminación de los silicatos presentes en la muestra.

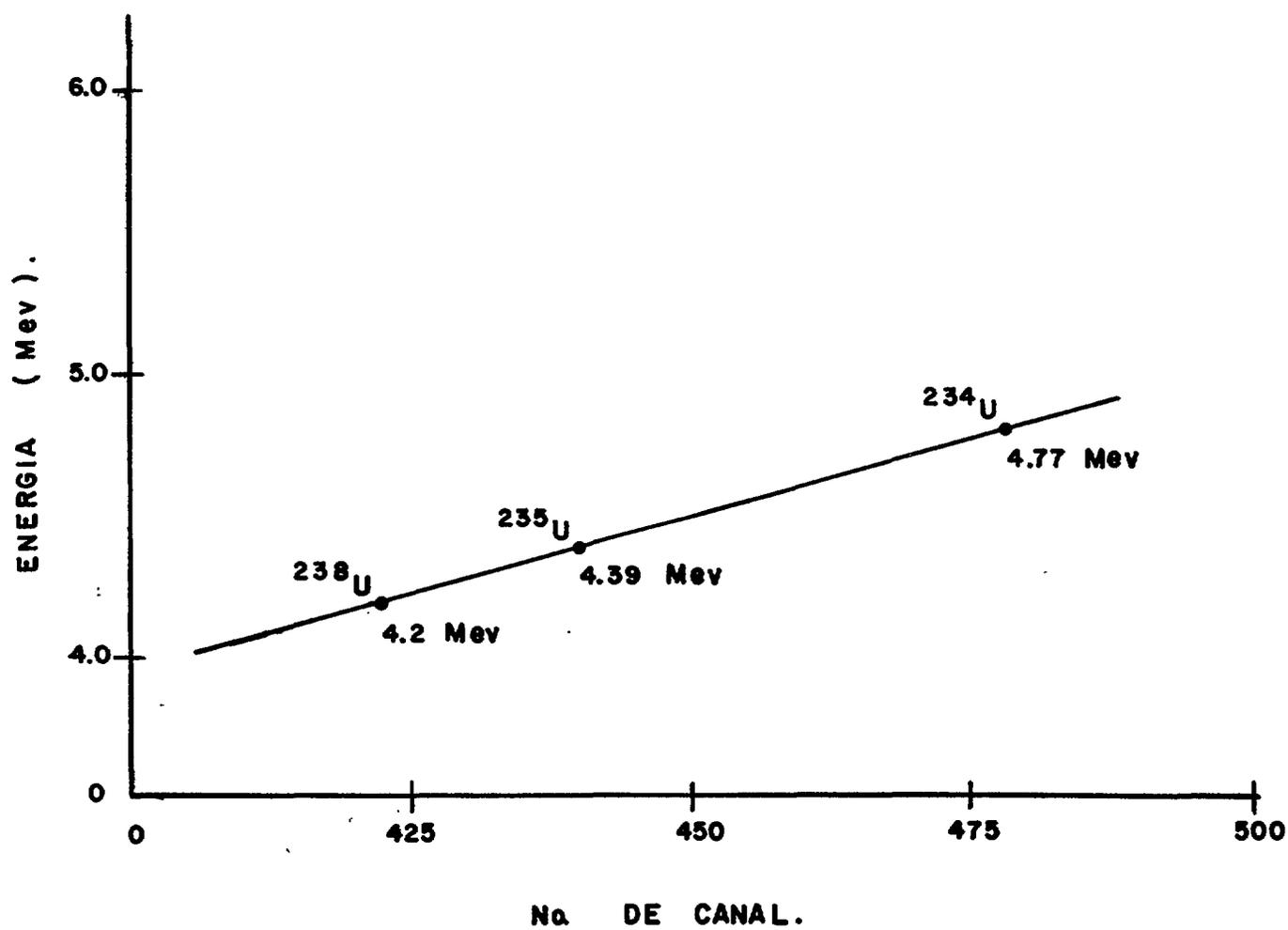


FIGURA 9.- Curva de calibración del sistema de conteo alfa.

Se adicionaron 20 ml de  $HNO_3$  al 20 % , y se filtró la solución en papel Whatman # 42, el filtrado se llevó a  $pH$  de 1 a 2 con  $NH_4OH$  concentrado y luego se adicionó 1 ml de  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  y 1 ml de  $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$  con una concentración de (1 mg/ml) respectivamente, el primero se utilizó como acarreador del radio y el segundo para evitar la precipitación de los demás componentes. En seguida se agitó la solución con una barra magnética y se fueron adicionando gota a gota 2 ml de  $H_2SO_4$  9M durante un periodo de 1 hora para precipitar al radio en forma de sulfato.

Después toda la solución se hizo pasar a través de membranas de filtración con poros de 100  $\mu m$  (Millipore corporation). La membrana de filtración con el precipitado se pasó a un vaso de 250 ml; las paredes del soporte de dicha membrana se lavaron con 10 ml de  $EDTA$  al 2 %, se calentó a 50 °C en un baño de agua para disolver el precipitado.

Después la membrana se lavó con 25 ml de agua desionizada y se desechó. La solución se filtró en papel Whatman # 42 para eliminar los productos insolubles, a la solución cristalina se le añadió 1 ml de  $Na_2SO_4$  al 20 % y se ajustó el  $pH$  a 3.5 con una solución de  $HClO_4$  2.5 M. Posteriormente el precipitado se recuperó en membranas con poros de 100  $\mu m$  (Millipore corporation).<sup>(27)</sup>

En todas las fracciones obtenidas durante el desarrollo de esta técnica se determinó la radiactividad del radio-226. El sulfato de radio y bario se disolvió en  $EDTA$ -amoniacal al 2 % y  $pH$  de 7.0 mediante calentamiento y por último se aforó a 10 ml con la misma solución de  $EDTA$ -amoniacal para mantener la misma geometría a la cual se le midió su desintegración radiactiva en el espectrómetro de radiación gamma, esta medida se tomó como valor patrón. Estos 10 ml de solución

contenían una pequeña cantidad de bario y una cantidad imponderable de radio-226.

### 2.2.3).- MONTAJE DE LA COLUMNA DE INTERCAMBIO IONICO.

La cromatografía de intercambio iónico es una técnica muy útil en la separación, que se basa en la capacidad que tienen algunos materiales de retener o liberar los iones que se encuentran en una solución. Los intercambiadores de iones pueden ser naturales o sintéticos, entre los cuales los más usados son los polímeros orgánicos que reciben el nombre de resinas.

La reacción de equilibrio en el intercambiador iónico del radio presente en una solución, está dada por la siguiente ecuación:



Se montó una columna de 3 gr de resina AG 50W X 8 que tiene las siguientes características.

- a).- Es una resina de intercambio catiónico grado analítico.
- b).- Forma de la resina: protónica.
- c).- Número de malla: 100-200.
- d).- Capacidad 5.1 meq/gr de resina seca y 1.7 meq/gr de resina húmeda.
- e).- Densidad nominal 0.8 gr/ml.

La resina seca se pasó a la forma protonada, poniéndola en contacto con una solución de  $HCl$  al 5 % durante 1 hr: En la parte inferior de la columna se colocó un tapón de fibra de vidrio y luego se introdujo la resina previamente preparada dentro de la columna.

Ya en la columna la resina se trató con una solución de  $NH_4Cl$  2 N durante 1 hr, posteriormente se lavó con bastante agua desionizada para eliminar el exceso de  $NH_4Cl$  presente en la columna. De esta forma la resina quedó en forma amoniacal.<sup>(29)</sup>

#### 2.2.4).- INTERCAMBIO IONICO.

Una vez montada la columna de intercambio iónico y preparada como se mencionó anteriormente, las soluciones de radio y bario en medio de *EDTA-amoniaca* al 2 % y con *pH* de 7.0 se pasaron por la columna.

Antes y después de pasar por la columna se midieron las soluciones de radio mediante espectroscopía gamma, para ver si el radio era retenido.

Después la columna se lavó con bastante agua desionizada, el flujo a través de la misma fue de 2 ml/min. El radio se retuvo en la columna con soluciones de *EDTA* al 2 % (de *pH* entre 5.0 a 8.0).

A todas las fracciones de radio obtenidas de las columnas se les ajustó el *pH* a 4.8 con *HCl* ( Estas soluciones se pasaron nuevamente a través de la columna AG 50W X 8 ).<sup>(29)</sup>

A continuación se lavó la columna con bastante agua desionizada y el radio se eluyó con 25 ml de *HNO<sub>3</sub>* 3.5 N. En todos los casos las soluciones se contaron en el espectrómetro gamma por un periodo de 600 segundos.

El volumen utilizado en todos los casos en las eluciones fue de 10 ml para mantener siempre la misma geometría en las determinaciones de radiactividad en el espectrómetro gamma, y cuando el volumen era diferente se ajustaba ya sea por adición de agua desionizada o por evaporación, para mantener siempre el mismo volumen equivalente en la determinación del radio-226.

### 2.2.5).- ELECTRODEPOSITO DEL RADIO.

La solución de radio en  $HNO_3$  se llevó a sequedad, al residuo se le adicionó 2 ml de  $HCl$  concentrado y se llevó nuevamente a sequedad. Luego se adicionaron 3 ml de agua desionizada y se llevó la solución hasta evaporación esta operación se realizó en 2 ocasiones evaporando en cada caso. Posteriormente se adicionó 1 ml de  $HCl$  1 M y se llevó hasta sequedad. Finalmente se adicionaron 5 ml de agua desionizada para que la solución de radio estuviera en solución acuosa.

Se agregaron después 5 ml de una solución electrolítica previamente preparada de ácido clorhídrico y acetato de amonio ( $HCl + CH_3COONH_4$ ,  $pH = 5$ ). Posteriormente la solución resultante se colocó en una celda electrolítica. El cátodo fue un disco de acero inoxidable, de 1 cm de diámetro y 0.1 cm de espesor previamente pulida como espejo y el ánodo un alambre de platino del número 20, de 5 cm de largo.

Los electrodeósitos se efectuaron durante 4 horas con una corriente de 150 mA y el voltaje entre los electrodos se fijo en un intervalo de 11-14 volts. <sup>(30)</sup>

Se hicieron las mediciones del pico gamma de 185 *KeV* del radio-226 en la solución antes y después del electrodeósito, y con el área de ese pico se calculó el porcentaje de radio-226 electrodepositado de acuerdo con la expresión siguiente.

$$\% Ra \text{ electrodepositado} = \frac{Ra_i - Ra_f}{Ra_i} \times 100$$

El radio-226 así obtenido en el disco de acero inoxidable se utilizó como patrón dentro del sistema para generar al radón-222 y obtener los espectros alfa.

### **2.2.6).- APLICACION DEL SISTEMA.**

En lo referente a la construcción del sistema para detectar al radón-222, una vez ensamblado las partes que lo constituyen y haber realizado las pruebas de vacío correspondientes para estar seguro de que no hubiera alguna posible fuga y poder detectar el gas radón. Se procedió a realizar la operación de detección junto con el equipo de espectroscopía alfa, según el siguiente procedimiento:

- a).- Se colocó primeramente el disco de acero inoxidable que contiene la muestra radiactiva de radio-226 en el interior del sistema, de tal manera que el disco que contiene al radio electrodepositado quede de frente a la superficie activa del detector y se llevó a cabo un conteo directamente, posteriormente se colocó a una distancia de 0.5 cm sobre el disco de acero inoxidable un Mylar para cubrir al radio y así impedir que las energías del radio-226 fueran detectadas por el detector de barrera superficial dentro del sistema. Con lo cual el gas radón que se genera a partir del radio pase al resto de la cámara y sea detectado junto con los isótopos de polonio que se están produciendo a partir de este gas.
- b).- En seguida se colocó el detector de barrera superficial a la tapa que va colocada en la parte superior de la cámara de detección, ambas partes se ensamblaron para seguir con las siguientes etapas de operación.
- c).- Posteriormente se realizó el vacío con una bomba de difusión para extraer el aire que se encuentra dentro del sistema por medio de la válvula y se esperó aproximadamente 10 minutos, de manera que se obtenga un vacío estable en la cámara de detección el cual fue aproximadamente de  $1 \times 10^{-2}$  bar. Esto se hizo con el fin de evitar la pérdida de energía de las partículas alfa entre el detector y la muestra de radio-226.

- d).- Se aplicó el voltaje al detector de barrera superficial + 100 volts, que es el voltaje de operación con que trabaja el detector.
- e).- Se encendió el analizador multicanal para empezar el proceso de conteo durante un tiempo determinado, dependiendo de la actividad de la muestra. La información queda registrada en este equipo en forma de espectro en diferentes canales dependiendo de la energía de cada isótopo radiactivo.
- f).- Una vez terminado el tiempo de conteo programado se obtuvo la información del multicanal en dos formas:
- 1).- Por medio de la impresora para un análisis estadístico.
  - 2).- Por medio del graficador, para obtener un análisis gráfico.
- Finalmente se procedió a identificar a cada uno de los picos obtenidos en los espectros, con la calibración previa del equipo, con isótopos emisores de partículas alfa de energía conocida.

## RESULTADOS Y DISCUSIONES

### 3.1).- SOLUCION DE RADIO-226 ANTES DE LA ELECTROLISIS.

En la figura 10 se muestra un espectro gamma de una solución de  $^{226}\text{Ra}$ , previamente preparada antes de la electrólisis, en el se puede identificar el pico gamma del radio mediante su energía de 185 *KeV* de acuerdo a la literatura.<sup>(26)</sup>

Las determinaciones cuantitativas del radio-226 se realizaron con esa energía gamma del radio en la solución, donde se calculó el área neta de ese pico en 5 canales antes y 5 canales después para obtener así el área bajo el pico. La energía del radio-226 se obtuvo de acuerdo a la calibración del equipo utilizado.

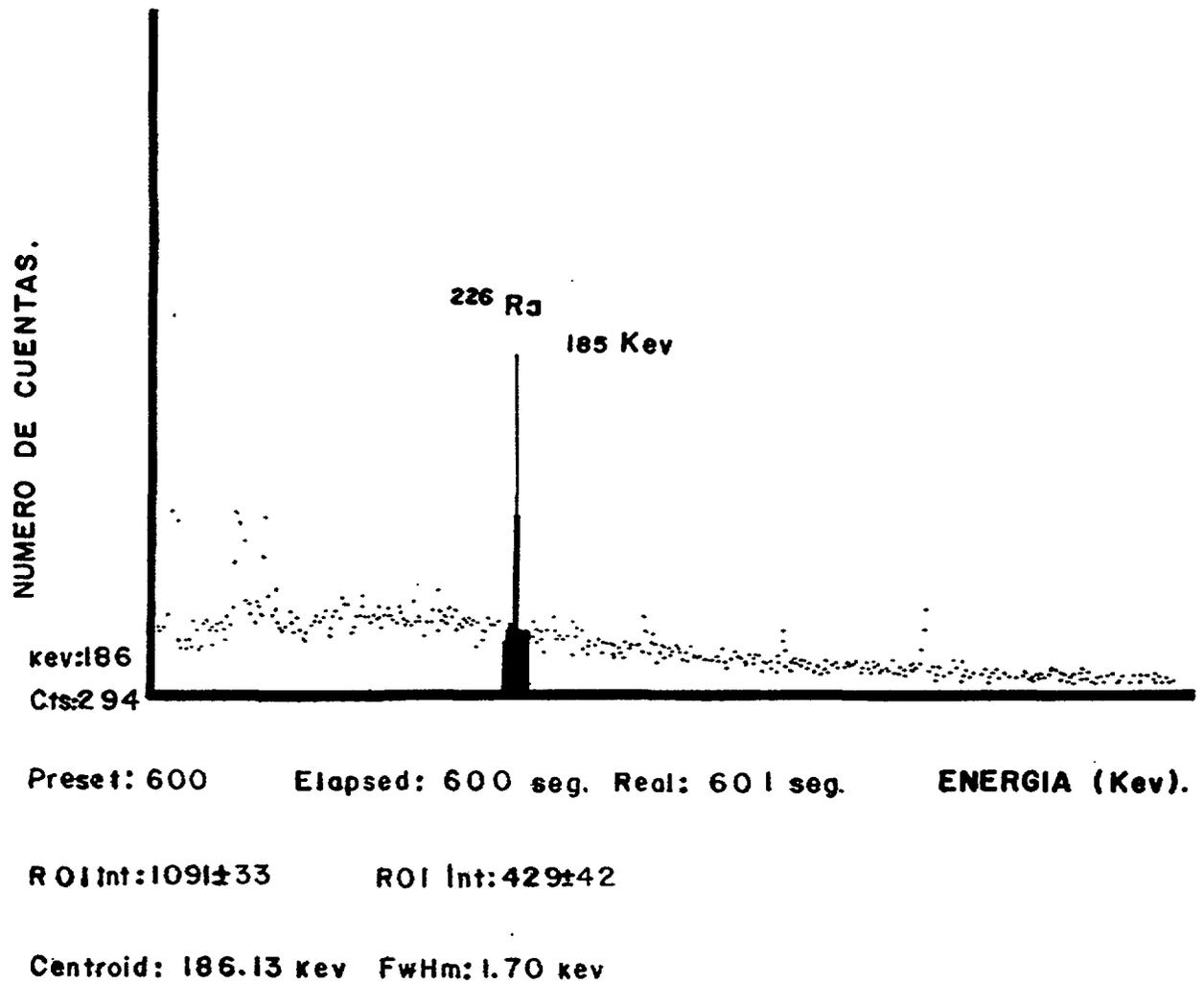


Fig. 10.- Espectro gamma de la solución de  $^{226}\text{Ra}$  antes de la electrólisis.

### 3.2).- SOLUCION DE RADIO-226 DESPUES DE LA ELECTROLISIS

En la figura 11 se muestra el espectro gamma de la solución de  $^{226}\text{Ra}$  después de la electrólisis. También en éste espectro se calculó el área neta del pico del radio en 5 canales antes y 5 canales después para obtener así el área bajo el pico, en la determinación cuantitativa del radio-226.

A manera de comparación en esta última figura se mostró que no había cuentas de radio en la solución por medio del pico gamma del radio-226 que corresponde a la energía de 185 *KeV*.

### 3.3).- ELECTRODEPOSITACION DEL RADIO-226.

El electrodepósito de radio se llevó a cabo con una corriente de 125 mA y un voltaje en un intervalo de 11-14 volts, con un tiempo de 4 horas. Con estas condiciones el porcentaje de radio electrodepositado fue casi el 100 % , en el espectro gamma de la figura 11, comprueba que no hay nada de radio presente en la solución después de la electrólisis.

Es muy importante hacer notar que el electrodepósito que se obtuvo fue de un espesor grueso para considerar el efecto de autoabsorción. También es pertinente aclarar que en el electrólito inicial el radio-226 se encuentra en equilibrio radiactivo con sus descendientes y con esas condiciones el radio se separa de sus hijos radiactivos.

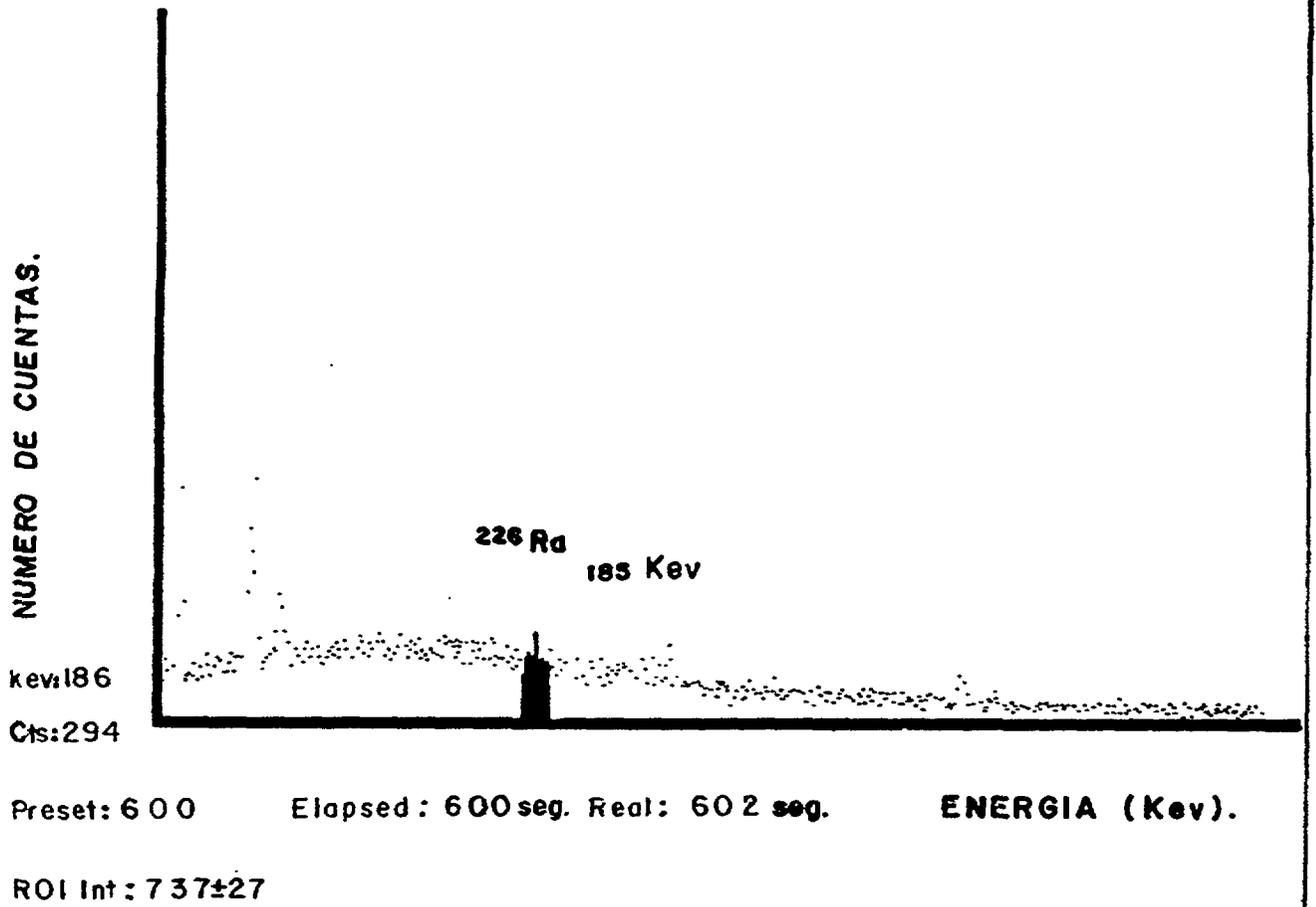


Fig. 11.- Espectro gamma de la solución de  $^{226}\text{Ra}$  después de la electrólisis.

### 3.4).- DETECCION DE RADIO-226.

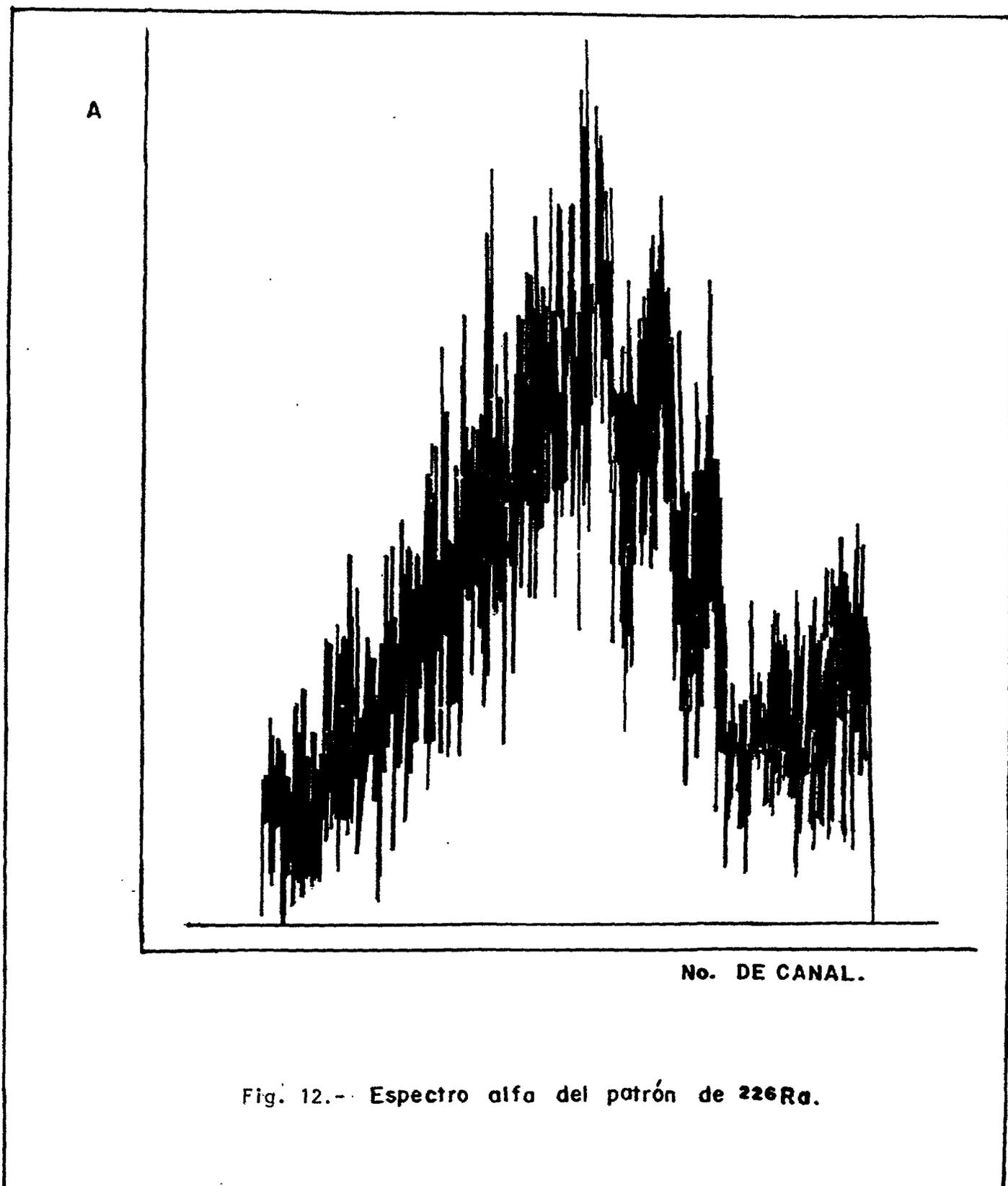
Para la detección del patrón de radio-226 en el sistema, las energías se obtuvieron con el detector de barrera superficial, colocando el disco de radio electrodepositado en la base del sistema, de tal manera que la muestra de radio quede hacia arriba y pueda ser medido directamente.

En la figura 12 se muestra el espectro alfa del patrón de radio-226, en este espectro se observa que las energías del radio-226 y sus descendientes no se logran diferenciar uno de otros, debido a que la muestra de radio electrodepositado sobre el disco de acero inoxidable es de una capa gruesa, por el cual no se logra diferenciar ninguna de las energías del patrón de radio-226 y así poder conocer la radiactividad real del radio, como las de sus descendientes entre los que se encuentra el radón-222.

### 3.5).- DETECCION DEL Rn-222 EN EL SISTEMA.

Para la detección de gas radón-222 y la de sus descendientes radiactivos a partir de una fuente patrón de radio-226, las energías se obtuvieron con el detector de barrera superficial, colocando el disco de radio en la base del sistema, de tal manera que quede la muestra de radio hacia arriba, encima del disco del radio se le colocó un Mylar para que el radón que se está generando a partir del radio pueda ser detectado.

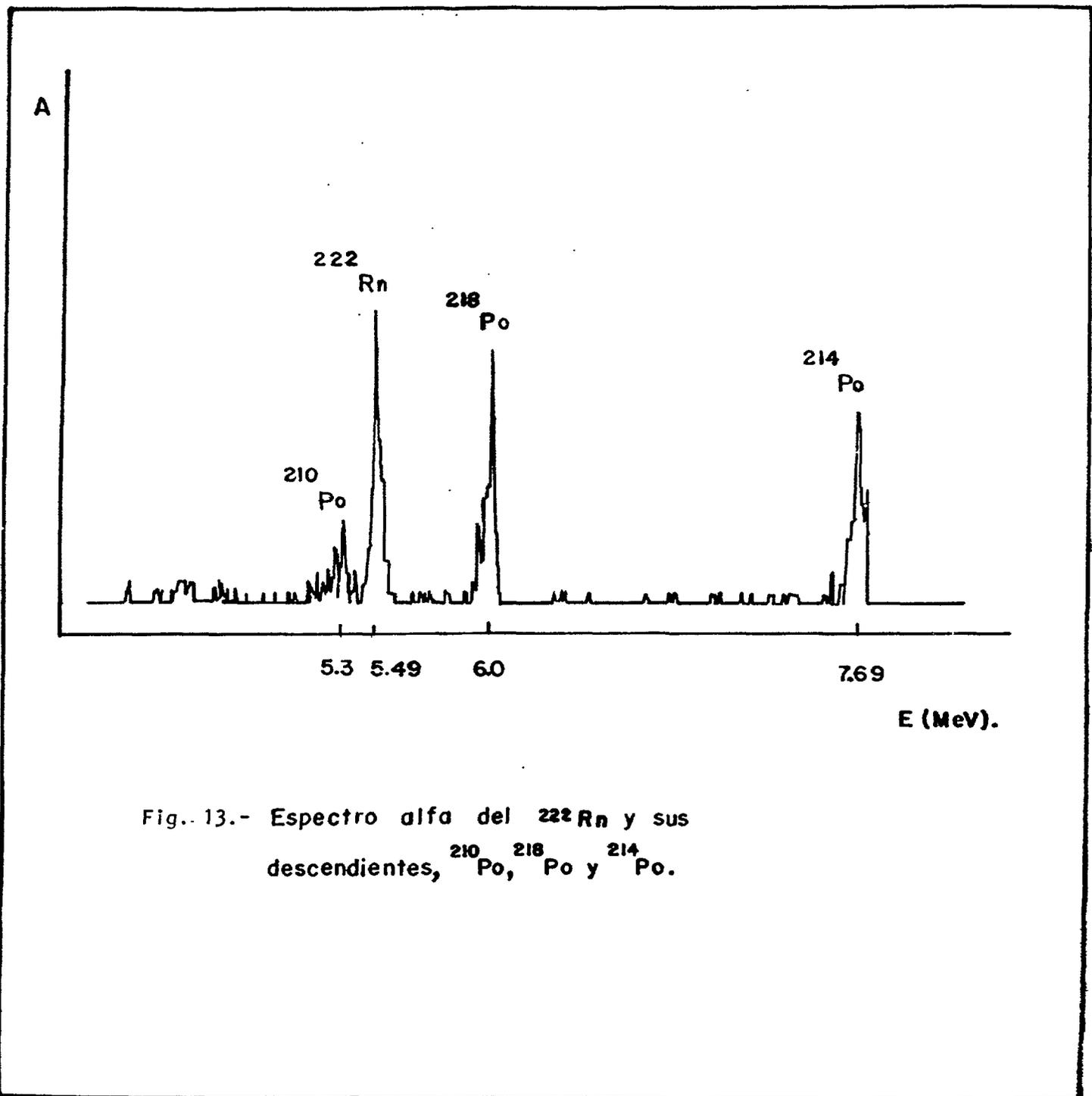
Para identificar las energías del gas  $^{222}\text{Rn}$  y sus descendientes el equipo de detección se calibró con isótopos de muestras de uranio natural, el  $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$  y  $^{234}\text{U}$  que tienen picos de energía de 4.2, 4.39 y 4.77 *MeV* respectivamente.



Finalmente en la figura 13 se muestra el espectro alfa del  $^{222}\text{Rn}$  y sus descendientes, en el se observan las energías bien definidas de este isótopo radiactivo y la de todos sus descendientes emisores alfa: El  $^{210}\text{Po}$  ( $\alpha = 5.31 \text{ Mev}$  y  $t_{1/2} = 138.38 \text{ d}$ )., el  $^{218}\text{Po}$  ( $\alpha = 6.0 \text{ Mev}$  y  $t_{1/2} = 3.05 \text{ m}$ ). y el  $^{214}\text{Po}$  ( $\alpha = 7.69 \text{ Mev}$  y  $t_{1/2} = 1.6 \times 10^{-4} \text{ s}$ ).

Es bien importante hacer notar que en el espectro alfa obtenido se observa bien definida la energía del  $^{222}\text{Rn}$  de  $5.49 \text{ Mev}$  que se genera a partir del patrón de  $^{226}\text{Ra}$  y se debe a que sus vidas medias son cortas y tienden rápidamente alcanzar el equilibrio radiactivo con el progenitor. El espectro se obtuvo en un periodo de 32 horas.

De los espectros obtenidos se puede decir que el espectro de la fig. 12 no se pudo diferenciar ninguna energía alfa emitida por los isótopos de  $^{226}\text{Ra}$ , ni la de sus descendientes esto se debe a que el depósito del patrón de radio se realizó en una capa gruesa y por lo tanto el espectro presenta una deformación debido a que presenta autoabsorción, esto es que las energías alfa de los isótopos presentes sobre el disco chocan con el depósito y pierden energía por lo cual la forma del espectro obtenido presenta picos demasiado anchos, por lo que es imposible realizar el análisis cualitativo de este espectro. Este espectro se obtuvo colocando el disco donde se depósito el radio-226 en la cámara del sistema construido y se realizó un conteo de 3 hr.



La radiactividad registrada se obtuvo como se mencionó antes con un tiempo de conteo relativamente corto en relación al tiempo de conteo del espectro de la fig. 13, ésta radiactividad se debe al hecho de que el conteo, se realizó en forma directa dentro del sistema de conteo y como en el depósito de radio-226 se alcanzó un rendimiento de casi el 100 %, la cantidad de radiactividad registrada se obtuvo en poco tiempo.

Para poder medir el gas radón-222 que se produce del radio-226 presente en el disco de acero inoxidable, fue necesario colocar sobre el disco un Mylar, con el objeto de detener las partículas alfa principalmente del radio y que el gas radón pasara hacia la parte donde se encuentra el detector de barrera superficial.

El tiempo de conteo para obtener este espectro fue de 32 hr, tiempo bastante grande en relación al tiempo de conteo de la fig. 12. La intensidad de cada energía fue muy baja a pesar de que el tiempo de conteo fue más grande, debido a que se supone que los átomos de radón que se están produciendo por el decaimiento del radio-226 son pocos los que se encuentran en el volumen de la cámara entre el detector y el Mylar y son los que son detectados, puesto que los que se producen en el interior de las capas que forma el depósito del radio no llegan a esta zona de detección.

Por otro lado se supone que los pocos átomos de radón que se encuentran en esta parte del sistema produce los descendientes de vida media corta (de segundos a microsegundos), el hecho es que estos descendientes se producen casi simultáneamente, lo que origina que sean detectados al mismo tiempo que el radón, tal como se muestra en el espectro de la fig. 13, en donde el  $^{222}\text{Rn}$ ,  $^{214}\text{Po}$  y  $^{218}\text{Po}$  tienen prácticamente la misma altura, lo que no ocurrió con el  $^{210}\text{Po}$ , este isótopo presenta menos radiactividad que los demás isótopos, esto se debe a que el  $^{210}\text{Po}$  es el isótopo que tiene la vida media más larga ( 138 d ), en relación a los otros descendientes emisores alfa del radón-222.

Por lo tanto debe de pasar más tiempo para que alcance la misma radiactividad que el resto de los isótopos y así estar en equilibrio radiactivo, lo que se traduciría que en el espectro, todos los picos estarían prácticamente a la misma altura.

Lo que se debe de destacar con este sistema, es que se pudieron diferenciar perfectamente bien las energías de las partículas alfa del radón como la de sus descendientes, ya que con un espectro de esta calidad se puede en un momento determinado saber con exactitud la radiactividad del radón-222 para posteriormente poderlo cuantificar sin que haya interferencia de las demás energías que emiten sus descendientes.

## CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos en el presente trabajo se puede concluir lo siguiente:

- 1).- Se diseñó y construyó un sistema adecuado con las piezas apropiadas para medir directamente al gas radón y sus descendientes que se están emanando a partir de una muestra de radio-226.
- 2).- Al sistema ya ensamblado con todos sus componentes se le realizaron pruebas de vacío alcanzando un valor de  $1 \times 10^{-5}$  bar en un tiempo de 1 hora de bombeo, se puede decir que el sistema funcionó perfectamente sin ninguna fuga.
- 3).- En la separación del radio, el radio-226 se eluyó de la columna cuantitativamente con una solución de  $HNO_3$  3.5 N, las condiciones idóneas para el electrodeposición de radio se obtuvieron con un rendimiento de casi el 100 % con un precipitado grueso de radio sobre el disco de acero inoxidable.

- 4).- Mediante este sistema se pudo separar e identificar las energías del radón y la de sus descendientes directamente, provenientes de una muestra patrón de radio sólido, a diferencia de otros métodos que no logran diferenciar las energías de sus isótopos radiactivos, sino que miden la radiactividad total.
- 5).- También mediante este sistema se pudo separar e identificar cada una de las energías de 5.49, 5.31 6.0 y 7.69 que corresponden al gas  $^{222}\text{Rn}$ , así como a los de sus productos de decaimiento el  $^{210}\text{Po}$ ,  $^{218}\text{Po}$  y  $^{214}\text{Po}$  respectivamente a partir de un patrón de  $^{226}\text{Ra}$ .

### BIBLIOGRAFIA

- 1.- Bernard L. Cohen., *Progress in Nuclear Energy*, 4, 1-24 (1978).
- 2.- C. R. Cothorn y J. E. Smith Jr. Editores " *Environmental Radón* " Plenum Press, New York, (1987).
- 3.- A .Y. Smith, P. M. C. Barretto and S. Pournis., *Radon Methods in Uranium Exploration.*, 185-211.
- 4.- Henry F. Lucas., *The reliew of Scientific Instruments.*, 28, 9, 680-683 ( 1957 ).
- 5.- T. Wardaszko, D. Grzybowska and J. Nidecka., *Nuclear Instruments and Methods in Physics.*, Research B 17, 530-534 ( 1986 ).
- 6.- P. Kritidis and P. Angelou., *Nuclear Instruments and Methods in Physics.*, Research B 17, 537-539 ( 1986 ).
- 7.- H. Gast and R. Gellermann., *Int. J. Radiat. Appl. Instrum.*, Parte A, 39, 9, 1015-1017 ( 1988 ).
- 8.- C. J. Bland and G. Norlander., *Environment International.*, 14, 349-352 (1988).
- 9.- By K. G. Darrall, P. J. Richardson and J. F. C. Tyler., *Analyst.*, 98. 610-615 (1973).
- 10.- N. J. Parks and K. K. Tsubor., *Int. J. of Appl. Radiat and Isotopes.*, 29, 77-80 ( 1978 ).

- 11.- Y. Homma and Y. Murakami., J. Radional. Chem., 36, 173-184 ( 1977 ).
- 12.- Y. Murakami and Y. Horiuchi., J. Radional. Chem., 52, 2, 275-283 ( 1979 ).
- 13.- K. Horiuchi and Y. Murakami., Int. J. Appl. Radiat., Isot, 32, 291-294 (1981).
- 14.- K. Horiuchi and Y. Murakami., J. Radional. Chem., 80, 1-2, 153-163 (1983).
- 15.- Franz Shonhofer., Analyst., 114, 1345-1347 ( 1989 ).
- 16.- R. D. Scott and A. B. Mackenzie., Int. J. Appl. Radiat. Isot., 4, 301-303 (1984).
- 17.- J. Bigu., Int. J. Radiat. Appl. Instrum. Parte A, 37, 7, 567-573 (1986).
- 18.- J. L. Iturbe y E. Ordoñez., Rev. Soc. Quim. Méx., 30, 6, 390-392 (1986).
- 19.- H. Nakahara, H. Kudo, F. Akiba and Y. Murakami., Nuclear Instruments and Methods., 171, 171-179 ( 1980 ).
- 20.- Richard J. Countess., Health and Safety Laboratory., 455-456 ( 1976 ).
- 21.- E. J. Huheey., Química Inorgánica, Harla, 712-714.
- 22.- M. T. Olguín., Tesis de Maestría, Fac de Química U.A.E.M., ( 1990 ).
- 23.- A. B. Mackenzie, M. S. Baxter, and I. G. Mckinley., J. Radional. Chem. 48, 29-47 ( 1979 ).
- 24.- Orlov., Ingeniería de Diseño, Mir. Moscú, Tomo I, II y III.
- 25.- Instituto de Física, U.N.A.M., Lab de Van de Graaff., " Técnicas de vacío " (1972).
- 26.- U. Shotzig and Debertin, Int. J. Appl. Radiat. Isot. 34, 2, 533-538, (1983).
- 27.- J. Flores., Tesis, Fac de Química U.A.E.M., ( 1990 ).
- 28.- L. U. Joshi and P.K. Padmanabhan., J. Radional Chem., 76, 1, 73-79 (1983).
- 29.- Frederick Nelson., Journal of Chromatography., 403-406 (1964).
- 30.- R. García-Tenorio and M. García-León., Int. J. Radiat. Appl. Instrum, 37, 5, 441-442 ( 1986 ).