

**ESTUDIO ESPECTRAL DE MUESTRAS DE C-14  
CON EXTINCION QUIMICA Y POR COLOR  
EN CENTELLEO LIQUIDO.**

por

P. E. Scott Guillearrd  
A. Grau Malonda

**CENTRO DE INVESTIGACIONES  
ENERGETICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLOGICAS**

**MADRID, 1987**

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES:

B11.20, E41.40

CARBON 14

FLUORESCENCE SPECTROSCOPY

SCINTILLATION QUENCHING

LIQUID SCINTILLATORS

LIQUID SCINTILLATION DETECTORS

EMISSION SPECTRA

CALIBRATION

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Documentación Biblioteca y Publicaciones, Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas, Ciudad Universitaria, 28040-Madrid, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Los descriptores se han seleccionado del Thesaurus del INIS para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. Para más detalles consúltese el informe IAEA-INIS-12 (INIS: Manual de Indización) y IAEA-INIS-13 (INIS: Thesaurus) publicado por el Organismo Internacional de Energía Atómica.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Octubre de 1986.



## INDICE

1. INTRODUCCION.
2. PARTE EXPERIMENTAL.
  - 2.1. MATERIALES Y REACTIVOS.
  - 2.2. EQUIPOS.
  - 2.3. PREPARACION DE MUESTRAS.
  - 2.4. RESULTADOS EXPERIMENTALES.
3. CONCLUSIONES.
4. AGRADECIMIENTOS.
5. BIBLIOGRAFIA.



## 1. INTRODUCCION

La técnica de recuento por centelleo líquido ha alcanzado un amplio desarrollo en los últimos treinta años, siendo numerosas sus aplicaciones en investigación Física, Química, Médica y Biológica.

Una de las ventajas de esta técnica reside en la posibilidad de mezclar directamente una amplia gama de materiales con el disolvente y el soluto de centelleo. Sin embargo, algunas sustancias reducen la eficiencia de centelleo y por tanto, producen una disminución en la eficiencia de recuento. Estas variaciones en la eficiencia del recuento se deben al fenómeno de la extinción en sus distintas formas.

La extinción química se refiere a todas las perturbaciones que ocurren a nivel molecular.

La extinción por color se debe a la absorción de la luz por impurezas coloreadas y depende en gran manera de que el espectro de absorción del material coloreado se solape más o menos con el espectro de emisión - del centelleador.

Se ha establecido la diferencia entre el espectro de altura de - impulsos, medido para una muestras extinguida por impurezas o por colorantes. Una consecuencia de lo anterior es que las curvas eficiencia-extinción para muestras, de un mismo radionucleido, extinguidas por agente químico o por colorante son diferentes.

Al través de los años, en numerosos estudios, se ha tratado de explicar esta diferencia y de buscar un método de corrección adecuado, para separar el efecto del color, del químico, permitiendo así obtener una sola curva de calibración para los dos tipos de extinción.

L.A. Baillie propuso en 1.960 un método para determinar la eficiencia de muestras extinguidas respecto a la de una muestra sin extinción por una adecuada relación de canales. Sin embargo, el método presentaba la desventaja de no ser aplicable a muestras con una baja tasa de -- cuentas.

Cuando T. Higashimura y sus colaboradores, propusieron en 1.960 el uso de una fuente externa de radiación gamma, como una forma de obviar las desventajas del método de Baillie, llegaron a la conclusión de que al relacionar la tasa de cuentas de una determinada fuente gamma, con la eficiencia del C-14 se obtenían curvas independientes del agente extintor.

Stanley (1.974) hace consideraciones al respecto, tomando en - cuenta que, los espectros de altura de impulsos para muestras de emisores beta de energía medianamente alta, tienen diferente forma cuando hay extinción química o extinción por color. Esta diferencia es significativa con el C-14, pero no es discernible para el H-3 debido a que la diferencia es tá estrechamente relacionada con el número de fotones producido por las partículas beta. Por consiguiente, para una energía beta media de 500 keV del C-14 se producen alrededor de 800 fotones, mientras que para el H-3 (energía media 5 keV) el número de fotones producido es mucho menor, aproximadamente 50. Desde el momento que alrededor de la quinta parte de este número finalmente resulta en la producción de un fotoelectrón, se sigue -



que para el H-3 un número mucho menor de fotoelectrones, entra en juego. De este modo, la diferencia entre los efectos de los dos tipos de extinción es pequeña para el H-3. No obstante, para el C-14 mientras mayor número de fotones entran en juego, más campo de acción hay para variaciones estadísticas a todos los niveles en el proceso, y de ahí la diferencia entre los espectros debidos a la extinción por color y a la extinción química.

Para Ten Haaf y Verheijke (1.977) el uso de la relación de estandarización externa con una fuente gamma de alta energía, produce curvas - indiscernibles para el H-3, pero para el C-14 es necesario elegir un ajuste apropiado de ventanas que asegure la insensibilidad al efecto del color.

## 2. PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1. Materiales y reactivos

El estudio fue realizado con C-14 en forma de n-hexadecano marcado, suministrado por la firma Amersham. Como agente colorante se usó el rojo de metilo (4'-dimetilamino-azobenceno 2-ácido carboxílico) y como impureza química el tetracloruro de carbono ( $CCl_4$ ).

Para preparar la mezcla centelleadora utilizamos tolueno de alta pureza (grado ACS) con 5 g/L de 2,5 difeniloxazol (PPO) y 0,3 g/L de 1,4-bis-2-(-4-metil-5 feniloxazobil), benceno (DMPOPOP) y viales de vidrio de bajo contenido en potasio.

## 2.2. Equipos

Disponíamos de un espectrómetro de centelleo líquido INTERTECHNIQUE SL 30 con amplificador logarítmico, automatizado y refrigerado, conectado a un analizador multicanal TRACOR NORTHERN TN-1705. Para las pesadas usamos una balanza analítica electrónica SARTORIUS 1712 MP 3 con una sensibilidad de 0,01 mg en la escala de 30 g, y una desviación típica  $\leq 0,02$  mg.

## 2.3. Preparación de muestras

Se prepararon pares de patrones de C-14 con la misma actividad - de 17470 dpm. A uno de los patrones se le fue agregando  $\text{CCl}_4$  en cantidades de  $10 \lambda$  cada vez y al otro rojo de metilo diluido en tolueno, con el uso combinado de dos micropipetas de  $5 \lambda$  y  $50 \lambda$  a fin de igualar, en cada medida los grados de extinción (Q) de ambas muestras. Como el método usado para medir el Q (relación de tipificación externa) depende del volumen de la muestra, se utilizó una concentración de rojo de metilo de  $200 \mu\text{g/mL}$ , para producir extinción sin que ocurrieran variaciones apreciables de volumen. Se trató siempre de que la solución de colorante fuera de reciente -- preparación a fin de evitar los efectos de inestabilidad.

## 2.4. Resultados experimentales

Tomando en cuenta que en un trabajo anterior (P.E. Scott y A. Grau), al comparar los espectros de muestras con extinción química y extinción por color, obtuvimos como resultado, que para una misma eficiencia, - ocurre un mayor desplazamiento del espectro con extinción química hacia -

la zona de bajas energías, tratamos de obtener muestras de igual grado de extinción para ver su comportamiento espectral.

En la figura 1 se ha representado el espectro de altura de pulsos de una muestra de C-14 sin extinción. La eficiencia del recuento es 93,16% y la relación de tipificación externa (RTE) de 6,863.

Los espectros de la figura 2 corresponden a un par de muestras con extinción química de 86,34% de eficiencia y una RTE de 4,602. Para el rojo de metilo la eficiencia es 87,76% y la RTE de 4,659. Como podemos, - observar, los espectros coinciden.

Cuando la eficiencia se hace menor que el 80% (figura 3) empiezan a separarse las curvas correspondientes a la extinción química y por color. Por ejemplo, en el caso que nos ocupa para el  $\text{CCl}_4$  la eficiencia es 79,18% y la RTE de 3,022 mientras que para el rojo de metilo la eficiencia vale 73,12 con una RTE de 3,087.

En la figura 4 la muestra extinguida con  $\text{CCl}_4$  presenta una RTE de 2,455 que para el rojo de metilo vale 2,451. Las eficiencias son respectivamente 71,05% y 56,73%.

En la figura 5 se representan los espectros de extinción con  $\text{CCl}_4$  de RTE 2,058 y rojo de metilo con RTE 2,060, la diferencia entre las eficiencias se hace más notoria; obtenemos 60,47% y 41,87% y ya comienza a notarse la deformación del espectro de la muestra con extinción por color hacia la zona de altas energías.

Cuando RTE vale 1.382 y 1.418 respectivamente para la extinción química y por color, las eficiencias respectivas son 37,81% y 15,64% lo que demuestra que para eficiencias menores que el 80% a igual RTE, diferente - eficacia. Resultado que corrobora la figura 7 (ver tablas 1 y 2).

Como puede observarse en las figuras 2 y 3 se puede establecer - una ventana de calibración de forma que las eficiencias de recuento para - muestras extinguidas químicamente y por color coincidan, para iguales extin- ciones. Por ejemplo, una ventana cuyos niveles de discriminación estuvie- ran comprendidos entre los canales 40 y 100 daría el mismo número de cuen- tas para los dos tipos de extinciones.

Sin embargo, como puede comprobarse observando las figuras 4, 5 y 6, no es posible establecer una ventana de discriminación que dé el mis- mo número de cuentas para las muestras con extinción química y por color, debido a que los espectros no presentan ninguna zona coincidente. En todos los casos, el espectro de amplitud de los impulsos de muestras con extin- ción química está por encima del espectro debido a la extinción por color.

Por consiguiente, la afirmación de Ten Haff y Verkeyke (1.977) de que con una sola ventana, elegida adecuadamente, se puede obtener una curva de calibración válida para muestras con extinción química y por co- lor es válida solamente para un intervalo reducido de extinciones.

### 3. CONCLUSIONES

Del estudio de los espectros de amplitud de los impulsos en muestras con C-14 extinguidas químicamente y por color se concluye que no es posible establecer una ventana de recuento para la cual las curvas de eficiencia de recuento para la extinción por color y química coincidan. Ello equivale a afirmar que no es posible obtener una curva de calibración debida a una determinada ventana de discriminación que permita corregir al mismo tiempo por extinción química y por color.

La afirmación de algunos autores de que con una ventana adecuadamente elegida se puede obtener una curva para corregir ambos fenómenos, sólo es válida en un pequeño intervalo de extinciones.

#### 4. AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido subvencionado en parte por el Comité Conjunto Hispano-Norteamericano de Cooperación Científica y Técnica. Uno de nosotros (P.E.S.G.) desea agradecer al Organismo Internacional de Energía Atómica y a la Universidad Autónoma de Santo Domingo el haber hecho posible su estancia en la Junta de Energía Nuclear.

BIBLIOGRAFIA

1. BAILLIE, L.A., Int. J. Appl. Radiat. Isot. 8, 1, (1960).
2. CAVANAUGH, R. "The Current Status of Liquid Scintillation Counting".  
(Ed. E.D. Bransome), p. 293. (Grune & Stratton, New York, 1970).
3. HIGASHIMURA et. al. Int. J. Appl. Radiat. Isot. 13, 308, (1962),
4. PENG, C.T. "The Current Status of Liquid Scintillation Counting".  
(Ed. E.D. Bransome), p. 283 (Grune & Stratton, New York, 1970).
5. SCOTT GUILLEARD, P.E., GRAU MALONDA, A. Informe JEN. (En prensa).
6. STANLEY, P.E. "Liquid Scintillation Counting (Ed. M.A. Crook and P.  
Johnson). vol. 3, p. 65 (Heyden, London, 1974).
7. TEN HAAT, F.E.L. and VERHEIKE, M.;. "Liquid Scintillation Counting"  
(Ed. M.A. Crook and P. Johnson), vol. 4, p. 63 (Heyden, London, 1977).





APENDICE 1

TABLAS



TABLA 1

Eficiencia de recuento para el  $^{14}\text{C}$  cuando se emplea  $\text{CCl}_4$  como agente extintor.

<u>Eficiencia (%)</u>	<u>Q(RTE)</u>
93,26	6,866
90,97	5,774
88,98	5,033
86,34	4,602
83,01	3,469
79,18	3,022
71,05	2,455
60,47	2,058
37,84	1,382

TABLA 2

Eficiencia de recuento para el  $^{14}\text{C}$  cuando se emplea como extintor rojo de metilo.

<u>Eficiencia (%)</u>	<u>Q(RTE)</u>
93,16	6,863
87,76	4,659
86,92	4,406
73,12	3,087
56,73	2,451
41,87	2,060
15,64	1,418



APENDICE 2

FIGURAS



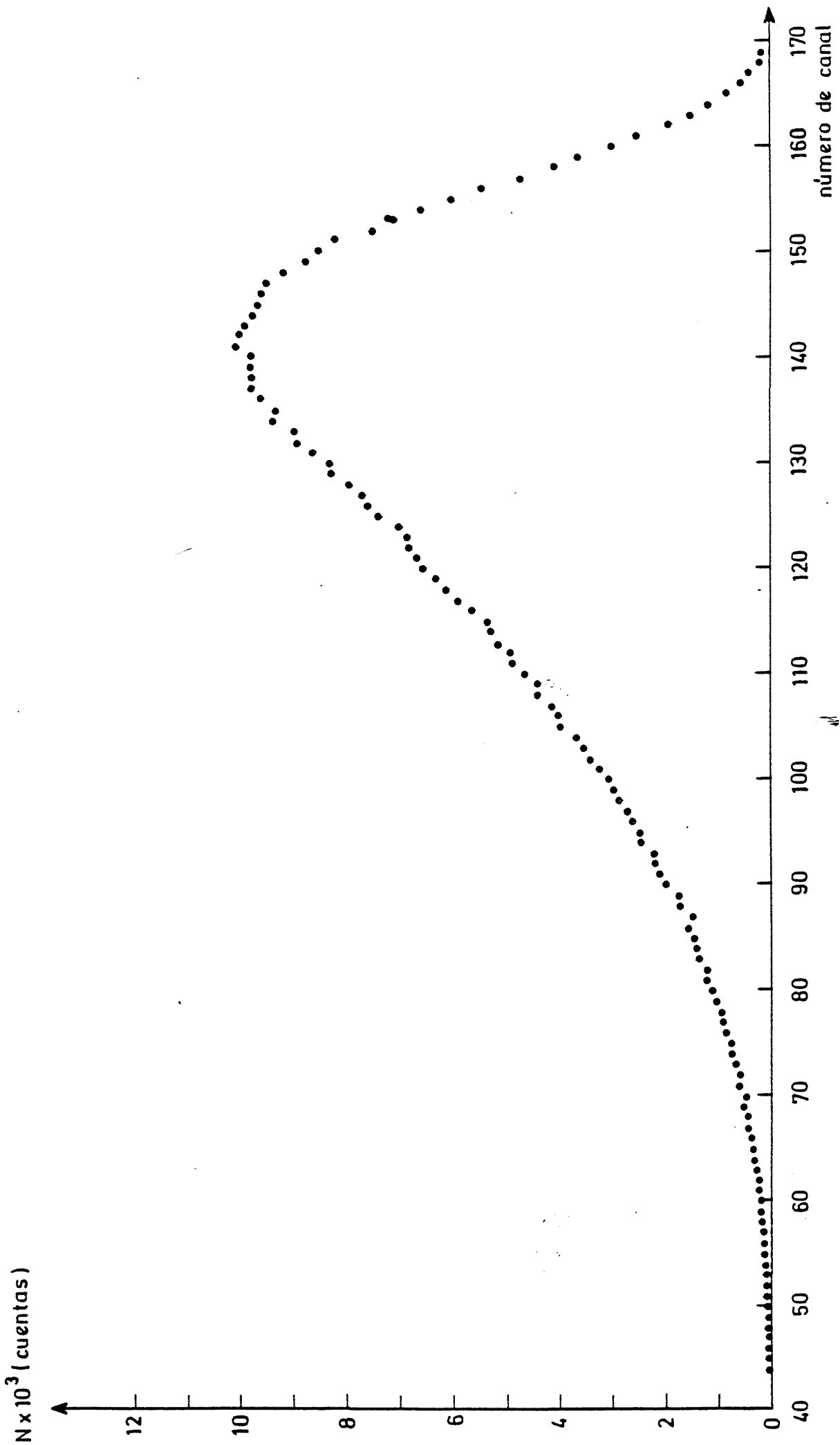


FIGURA 1

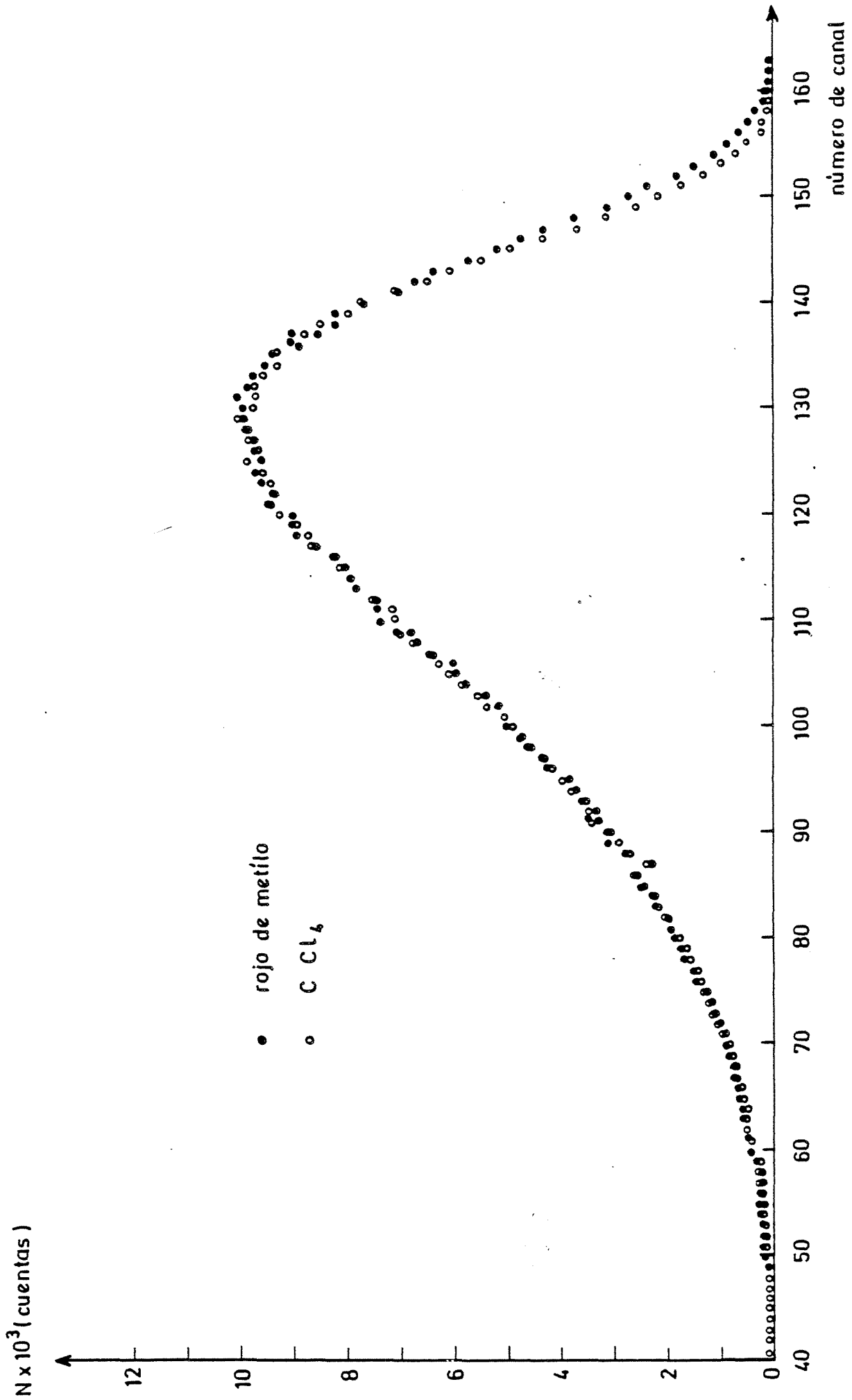


FIGURA 2



$N \times 10^3$  (cuentas)

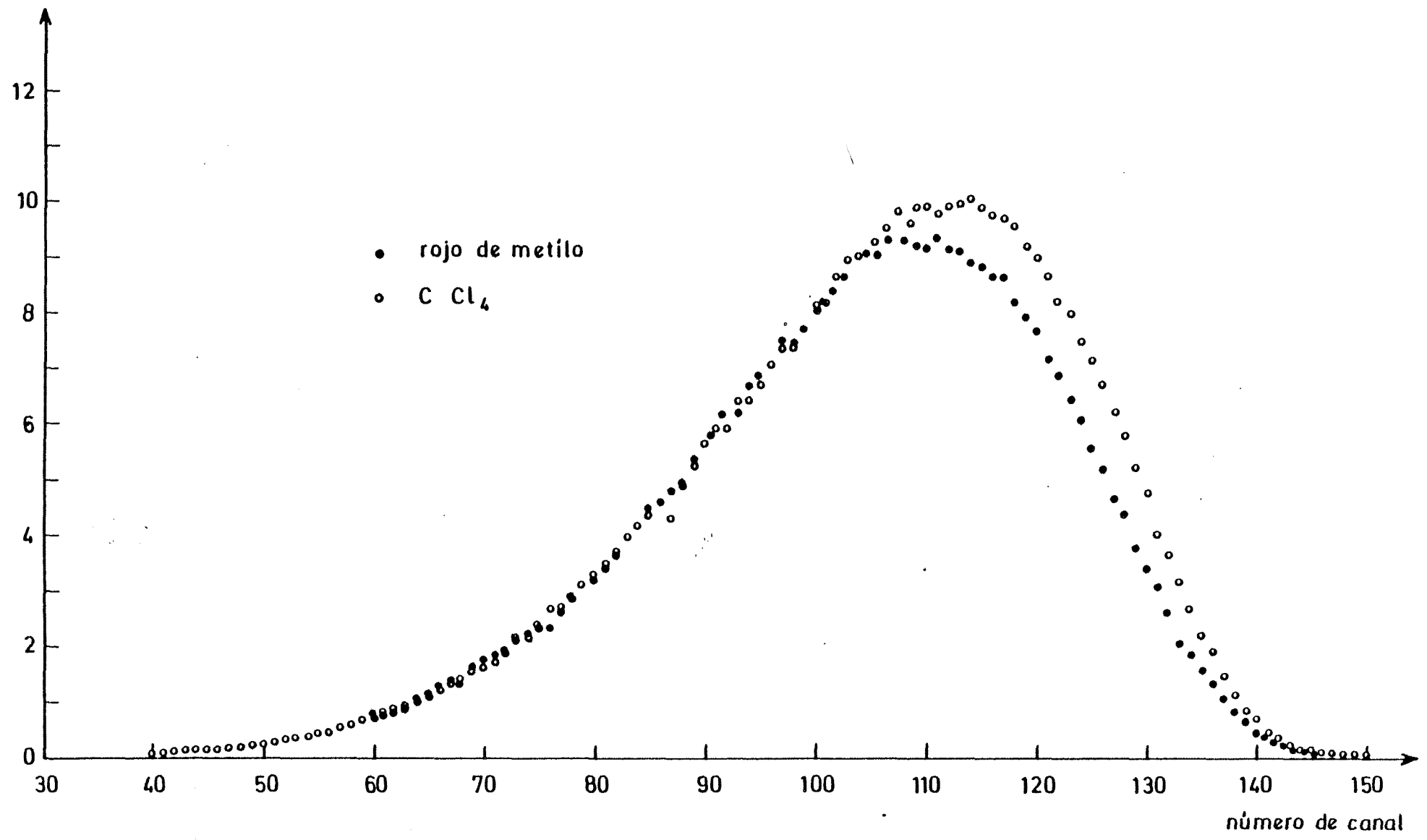


FIGURA 3

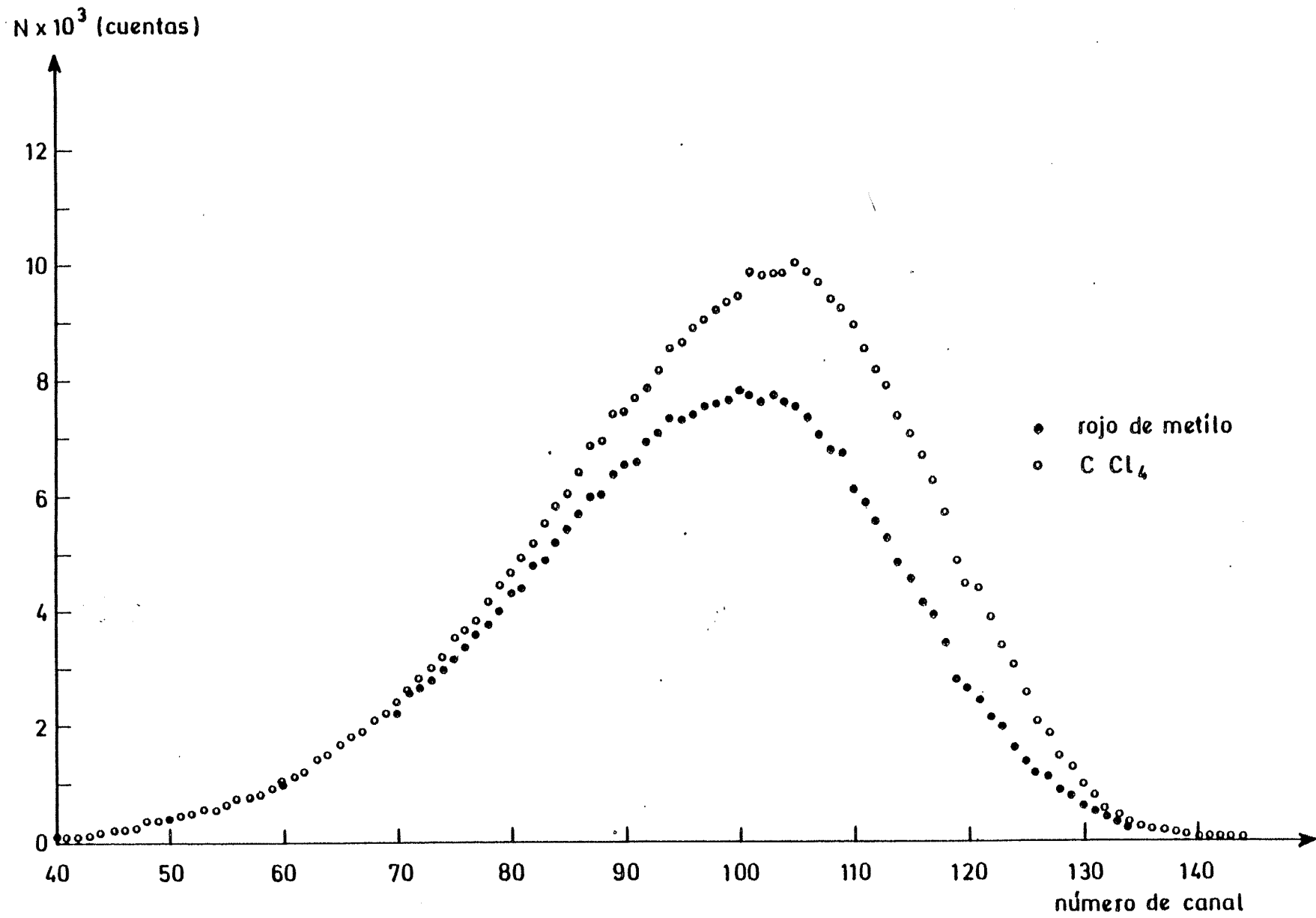


FIGURA 4

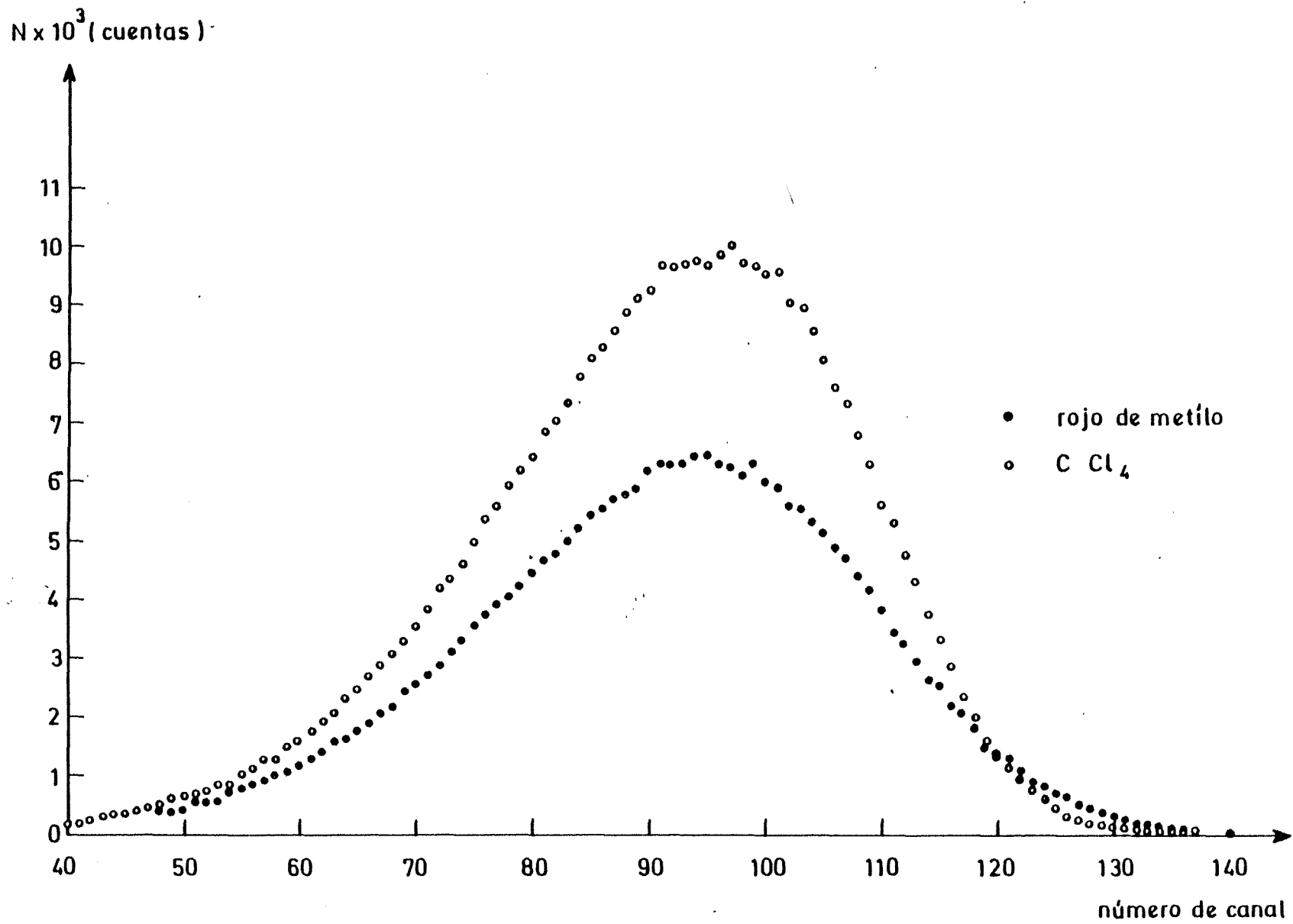


FIGURA 5

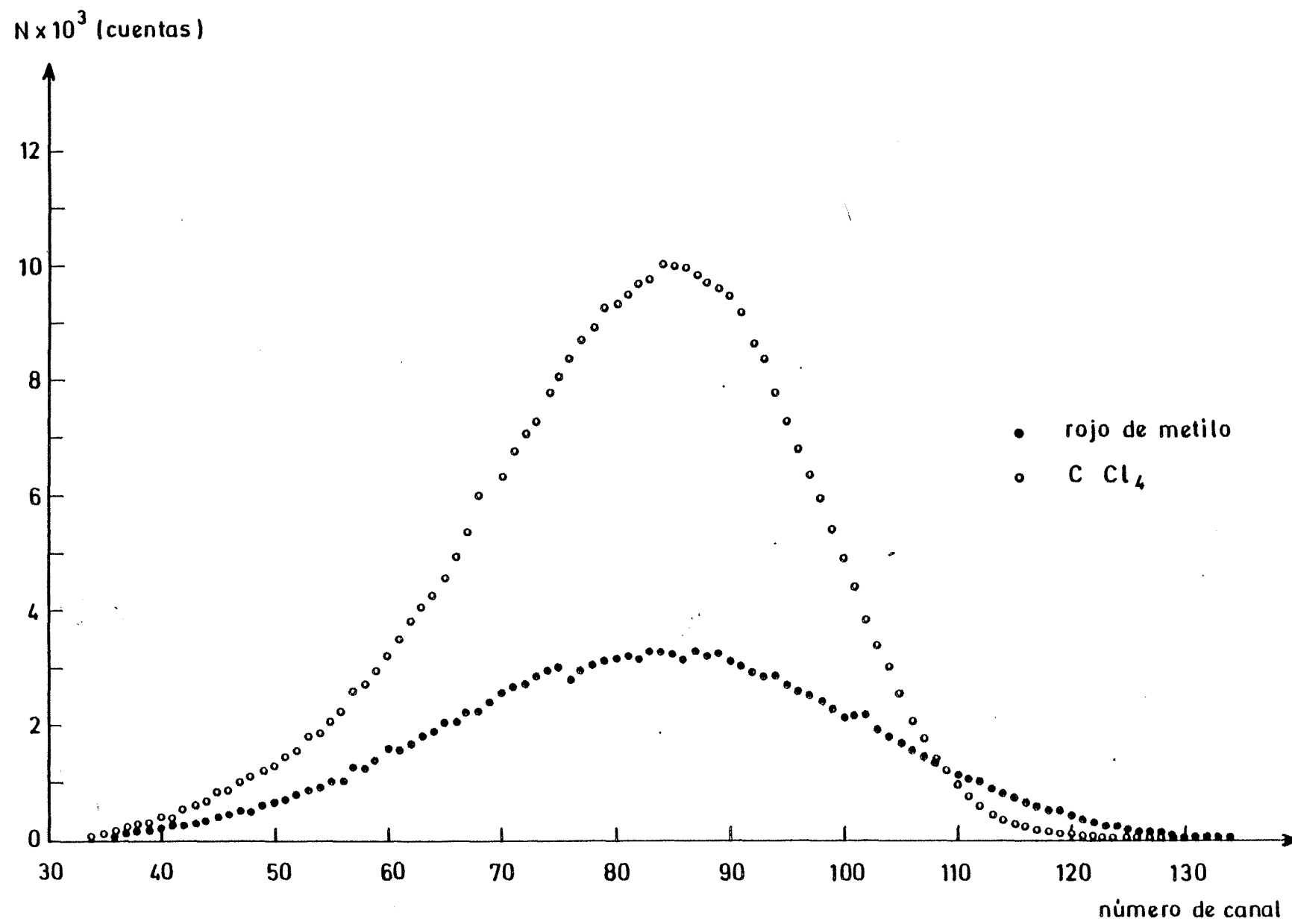


FIGURA 6

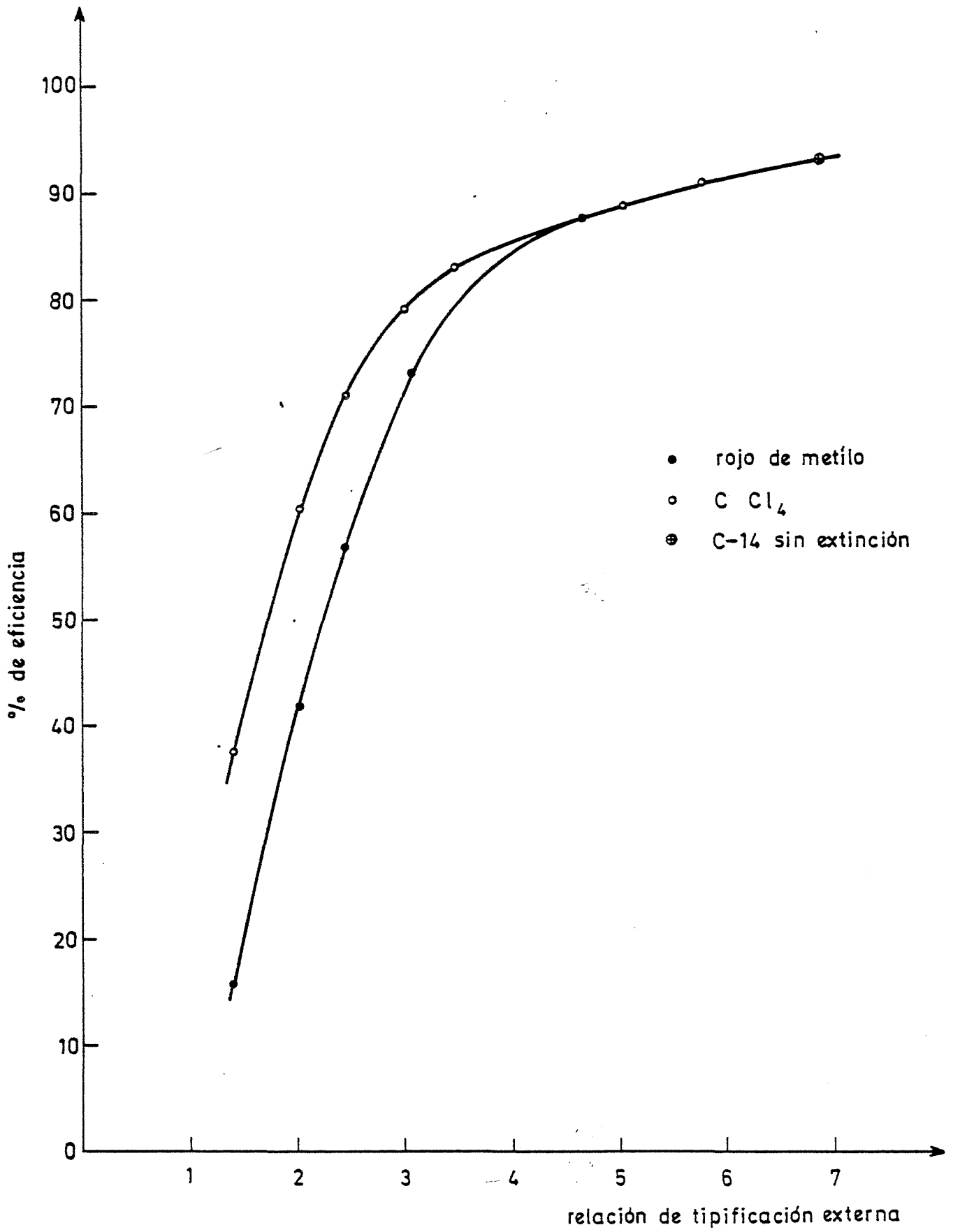


FIGURA 7



CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Spectral analysis of colour-quenched and chemically quenched C-14 samples".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

In this paper pairs of pulse height distribution curves, of C-14 samples, colour-quenched and chemically quenched was obtained.

The possibility to choose a counting window in order to obtain the counting efficiency curves, for both type of quenching was studied.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: E11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Spectral analysis of colour-quenched and chemically quenched C-14 samples".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

In this paper pairs of pulse height distribution curves, of C-14 samples, colour-quenched and chemically quenched was obtained.

The possibility to choose a counting window in order to obtain the counting efficiency curves, for both type of quenching was studied.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: E11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Spectral analysis of colour-quenched and chemically quenched C-14 samples".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

In this paper pairs of pulse height distribution curves, of C-14 samples, colour-quenched and chemically quenched was obtained.

The possibility to choose a counting window in order to obtain the counting efficiency curves, for both type of quenching was studied.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: E11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Spectral analysis of colour-quenched and chemically quenched C-14 samples".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

In this paper pairs of pulse height distribution curves, of C-14 samples, colour-quenched and chemically quenched was obtained.

The possibility to choose a counting window in order to obtain the counting efficiency curves, for both type of quenching was studied.

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: E11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.





CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Estudio espectral de muestras de C-14 con extinción química y por color en centelleo líquido".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

En el presente trabajo se estudian los espectros de amplitud de los impulsos para muestras de C-14 con extinción química y por color. Esto sirve de base para analizar la posibilidad de obtener una curva única de calibración, para la extinción química y por color, utilizando una ventana adecuadamente elegida.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: E 11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Estudio espectral de muestras de C-14 con extinción química y por color en centelleo líquido".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

En el presente trabajo se estudian los espectros de amplitud de los impulsos para muestras de C-14 con extinción química y por color. Esto sirve de base para analizar la posibilidad de obtener una curva única de calibración, para la extinción química y por color, utilizando una ventana adecuadamente elegida.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: E 11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Estudio espectral de muestras de C-14 con extinción química y por color en centelleo líquido".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

En el presente trabajo se estudian los espectros de amplitud de los impulsos para muestras de C-14 con extinción química y por color. Esto sirve de base para analizar la posibilidad de obtener una curva única de calibración, para la extinción química y por color, utilizando una ventana adecuadamente elegida.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: E 11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

CIEMAT-601

Centro de Investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas.  
División de Química.- MADRID

"Estudio espectral de muestras de C-14 con extinción química y por color en centelleo líquido".

SCOTT, P.E.; GRAU, A. (1987) 19 pp. 7 figs. 7 refs.

En el presente trabajo se estudian los espectros de amplitud de los impulsos para muestras de C-14 con extinción química y por color. Esto sirve de base para analizar la posibilidad de obtener una curva única de calibración, para la extinción química y por color, utilizando una ventana adecuadamente elegida.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: E 11.20, E41.40. Carbón 14. Fluorescence Spectroscopy. Scintillation Quenching. Liquid Scintillators. Liquid Scintillation Detectors. Emission Spectra. Calibration.

