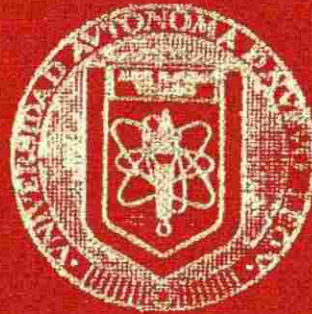


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS FISICO-MATEMATICAS

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



IDENTIFICACION DE TRAZAS EN SALES DE ZIRCONIO  
MEDIANTE EL METODO DE ANALISIS POR  
ACTIVACION CON NEUTRONES

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

QUE EN REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER  
EL TITULO DE  
MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD  
EN INGENIERIA NUCLEAR

PRESENTA

JORGE ALBERTO LOMAS TREVIÑO

MONTERREY, N. L.

MAYO DE 1994



TM

Z6651

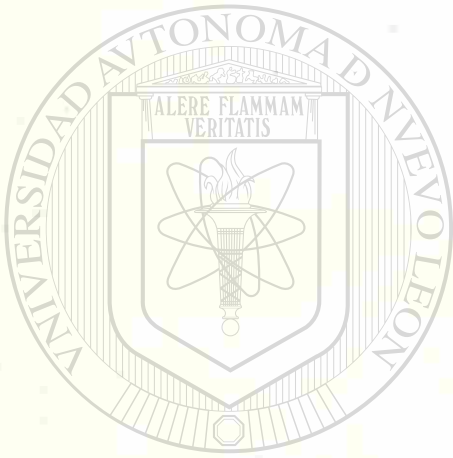
FCFM

1994

L6



1020091551



# UANL

---

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

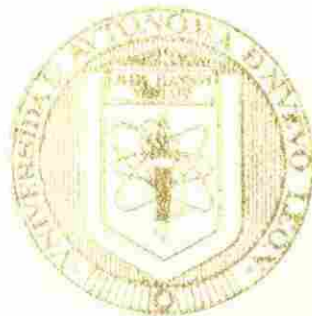
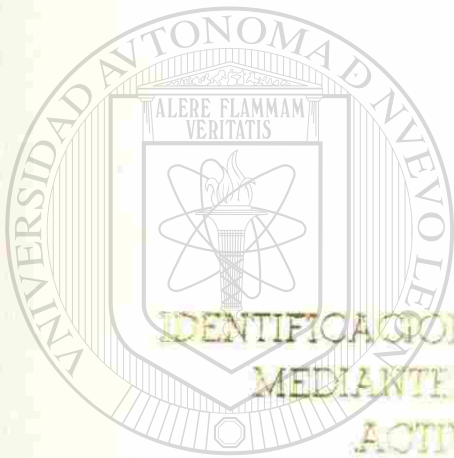


DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICO-MATEMÁTICAS

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



IDENTIFICACION DE TRAZAS EN SALES DE ZIRCONIO  
MEDIANTE EL METODO DE ANALISIS POR  
ACTIVACION CON NEUTRONES

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

QUE ES REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER  
EL TÍTULO DE  
MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD  
EN INGENIERIA NUCLEAR

PRESENTA

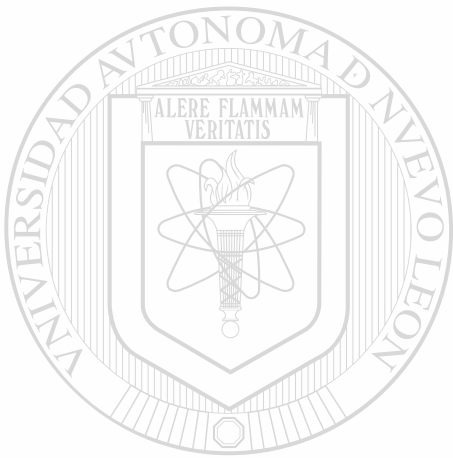
JORGE ALBERTO LOMAS TREVIÑO

MONTERREY, N. L.

MAYO DE 1994



TM  
26651  
FCFM  
1994  
L6

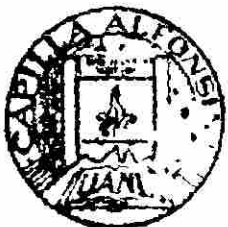


# UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



FONDO TESIS

62757

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON**

**FACULTAD DE CIENCIAS FISICO-MATEMATICAS**

**DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO**

**IDENTIFICACION DE TRAZAS EN SALES DE ZIRCONIO  
MEDIANTE EL METODO DE ANALISIS POR  
ACTIVACION CON NEUTRONES**

**TESIS**

**QUE EN REQUISITO PARCIAL PARA OBTENER EL TITULO  
DE**

**MAESTRIA EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD**

**EN INGENIERIA NUCLEAR**

**PRESENTA**


**JORGE ALBERTO LOMAS TREVIÑO**

**MONTERREY NUEVO LEON**

**MAYO DE 1994**

**IDENTIFICACION DE TRAZAS EN SALES DE ZIRCONIO  
MEDIANTE EL METODO DE ANALISIS POR ACTIVACION  
CON NEUTRONES.**

**JORGE ALBERTO LOMAS TREVIÑO**



**Trabajo de Tesis de Maestría en Ciencias con  
Especialidad en Ingeniería Nuclear aprobado por la  
División de Estudios Superiores de la Facultad de  
Ciencias Físico-Matemáticas de la Universidad  
Autónoma de Nuevo León por el siguiente Jurado.**

---

**M. C. Carlos Flores Jáuregui**

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

**Dr. Bernabé L. Rodríguez Buenrostro**

---

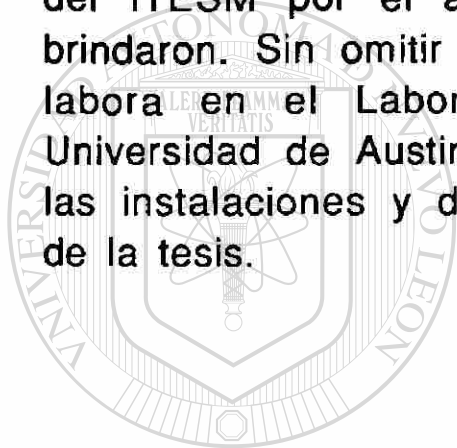
**M. C. Enrique R. Ramírez Hernández**



## **AGRADECIMIENTOS**

A todas las personas que se vieron involucradas en la realización de éste trabajo. A los profesores de la Maestría en Ingeniería Nuclear de la Univesidad Autónoma de Nuevo León; Dr. Bernabé L. Rodríguez Buenrostro, M. C. Carlos Flores Jáuregui, Dr. Federico Angel Rodríguez González, así como También al M. C. Enrique R. Ramírez Hernández.

A todos los profesores del Departamento de Física del ITESM por el apoyo y entusiasmo que siempre me brindaron. Sin omitir la gran colaboración del personal que labora en el Laboratorio de Ingeniería Nuclear de la Universidad de Austin Texas que me permitieron el uso de las instalaciones y del equipo necesario para el desarrollo de la tesis.



# UANL

---

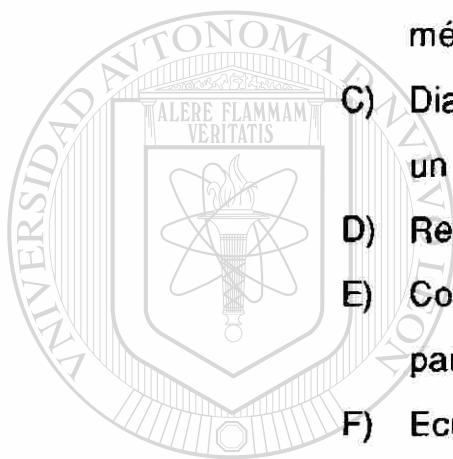
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

## INDICE

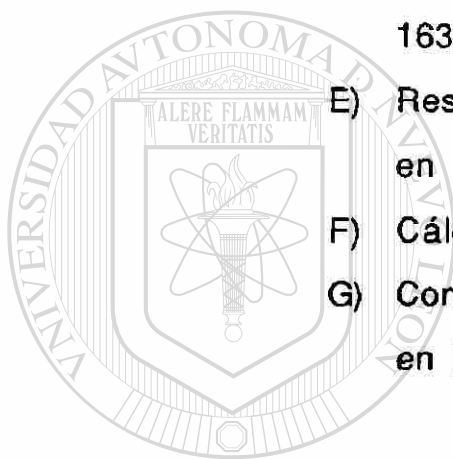
|   |    |
|---|----|
| Agradecimientos   | i  |
| <b>CAPITULO:</b>  |    |
| I. Introducción   | 1  |
| II. Análisis por activación bases teóricas  | 2  |
| A) Introducción al método   | 2  |
| B) Comparación del método NAA con otros métodos   | 2  |
| C) Diagrama de los pasos principales a seguir en un análisis por activación con neutrones | 3  |
| D) Reacciones nucleares   | 4  |
| E) Consideraciones importantes para las reacciones  | 5  |
| F) Ecuaciones para la razón de formación del isótopo producido                            | 6  |
| G) Métodos de activación con neutrones  | 8  |
| III. Procedimiento experimental   | 10 |
| A) Equipo experimental  | 10 |
| B) Cálculo de la actividad esperada de la muestra al extraerla del reactor                | 10 |
| C) Preparación de la muestra y los estándares   | 11 |
| D) Colocación y extracción de las muestras y los estándares en el reactor                 | 12 |
| E) Calibración del equipo de medición   | 12 |
| F) Medición de la actividad inducida  | 13 |



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

|  |    |
|--|----|
| IV. Resultados y cálculos  | 14 |
| A) Resultados obtenidos de la muestra en la irradiación corta      | 14 |
| B) Resultados obtenidos de la muestra en la irradiación larga      | 15 |
| C) Resultados obtenidos del estándar 1632A en la irradiación corta | 16 |
| D) Resultados obtenidos del estándar 1633A en la irradiación corta | 17 |
| E) Resultados obtenidos del bote vacío en la irradiación corta     | 18 |
| F) Cálculos  | 19 |
| G) Concentraciones de los elementos en la muestra                  | 21 |
| V. Conclusiones y recomendaciones                                  | 22 |
| VI. Apéndices  |    |
| A) Mediciones y errores  | 24 |
| B) Fuentes de irradiación  | 41 |
| C) Espectros de la irradiación corta                               |    |
| 1.- Espectro de la muestra   | 43 |
| 2.- Espectro del estándar 1632A                                    | 44 |
| 3.- Espectro del estándar 1633A                                    | 45 |
| 4.- Espectro del bote vacío.                                       | 46 |
| VII. Bibliografía  | 47 |



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

®



# CAPITULO I

## INTRODUCCION

El objetivo de ésta tesis es la identificación de trazas en sales de zirconio (obtenidas de una mina de Brasil), así como su medición cuantitativa, para lo cual el método de análisis por activación es el más conveniente, debido a que las trazas a medir son del orden de p.p.m. (partes por millón).

La importancia de la identificación y medición de las trazas correspondientes se debe a la alta pureza que se desea obtener en la refinación y procesado del zirconio en cuestión.

El zirconio debido a su ocurrencia natural es el elemento número 11 más abundante en la corteza terrestre, y es más abundante que el cobre, plomo, níquel o zinc.

El zirconio es producido comercialmente de la arena del mar o playa, o camas de rios o arroyos, donde se acumula con otros minerales pesados. El zirconio es del grupo IV de la tabla periódica. Además el zirconio y el hafnio como metales son fuertes, tienen alto punto de fusión y en forma masiva no son atacados por agua o aire a bajas temperaturas. Pero se combinan con el oxígeno y nitrógeno a altas temperaturas.

Las propiedades mecánicas del metal son fuertemente afectadas por pequeñas concentraciones de oxígeno, nitrógeno o carbón como impurezas.

El zirconio es muy resistente al ataque químico. Los tres procesos más importantes para separar al zirconio del hafnio y del silicio son:

- A) Formación de carbide, seguido por clorinación.
- B) Fusión con alkalis, seguido por solución en acido.
- C) Fusión con  $K_2SiF_6$ .

## CAPITULO II

### ANALISIS POR ACTIVACION BASES TEORICAS

#### A.- Introducción al método.

Análisis por activación con neutrones es un método de análisis nuclear de elementos dando información por medio de una reacción nuclear acerca de la composición cuantitativa o cualitativa elemental de la sustancia a ser investigada. La radiación inducida por la reacción nuclear (radiación gamma, neutrón, partícula cargada (protón, deuterón, tritón, etc.)) transforma una fracción de los núcleos de la sustancia a ser investigada. El estudio de las características propias de los productos de la transformación permite establecer conclusiones acerca de la composición total o parcial de la composición elemental de la sustancia y acerca de la cantidad de elementos identificados cualitativamente. En la práctica la mayor parte de los análisis por activación se basan principalmente en análisis por activación con neutrones, pero también los hay por partículas cargadas y activación con fotones gamma de alta energía, porque los aceleradores son complejos -el primero de todos, los ciclotrones- son instalados en los lugares donde se organizan los laboratorios de análisis por activación.

---

#### B.- Comparación del método NAA con otros métodos.

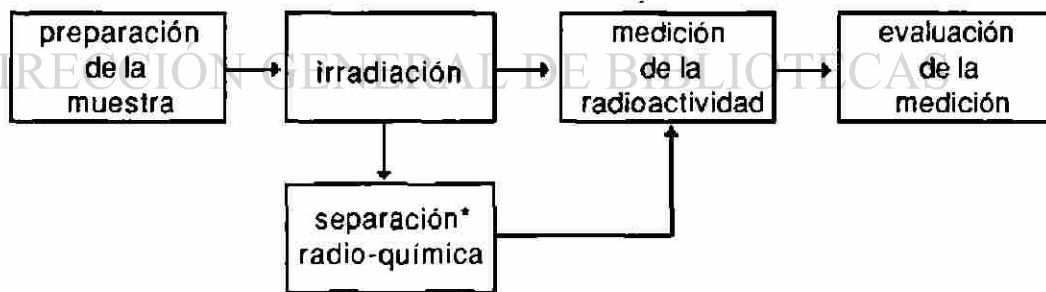
El análisis por activación (convenientemente aplicable también en el rango de concentraciones  $10^{-7}$  -  $10^{-4}$  %) toma una posición especial entre los métodos analíticos de alta sensibilidad instrumental que complica y eleva los costos. Las fuentes de radiación de alta calidad son necesarias para producir una alta sensibilidad apropiada -por ejemplo un reactor nuclear, o un ciclotrón- y se requiere procesar las muestras, en muchos casos en laboratorios radio-analíticos bien equipados.

La siguiente tabla compara los límites de detección de algunos elementos usando NAA (Análisis por activación con neutrones) y otros métodos analíticos. El límite de detección absoluta de algunos elementos se expresa en ng (nanogramos).

TABLA II-B-1 Límites de detección de NAA y otros métodos (en ng).

| Elemento | Espectro-fotometría | emisión de espectros | absorción atómica | fotometría de flama | NAA    | espectroscopia de masas |
|----------|---------------------|----------------------|-------------------|---------------------|--------|-------------------------|
| Ag       | 5                   | 0.5                  | 5                 | 3                   | 0.001  | 0.2                     |
| Au       | 5                   | 40                   | 20                | 50                  | 0.005  | 0.2                     |
| B        | 50                  | 0.5                  | 6000              | 5                   |        | 0.01                    |
| Ca       | 100                 | 5                    | 2                 | 0.2                 | 70     | 0.03                    |
| Cd       | 3                   | 20                   | 5                 | 20                  | 3      | 0.3                     |
| Cr       | 7                   | 1                    | 5                 | 0.5                 | 0.5    | 0.05                    |
| Cu       | 2                   | 0.5                  | 5                 | 1                   | 0.06   | 0.08                    |
| Dy       |                     | 40                   | 400               | 4                   | 0.0008 | 0.5                     |
| Eu       |                     | 2                    | 200               | 1                   | 0.0006 | 0.2                     |
| Fe       | 200                 | 3                    | 5                 | 3                   | 100    | 0.05                    |
| In       | 50                  | 10                   | 50                | 1                   | 0.002  | 0.1                     |
| K        | 200                 | 20                   | 5                 | 0.01                | 2      | 0.03                    |
| Mg       | 2                   | 10                   | 0.5               | 0.8                 | 20     | 0.03                    |
| Mn       | 5                   | 0.3                  | 3                 | 0.5                 | 0.01   | 0.05                    |
| Na       | 10                  | 5                    | 0.01              | 0.2                 | 0.0001 | 0.02                    |
| Pb       | 6                   | 10                   | 10                | 0.5                 | 2000   | 0.3                     |
| Rh       | 50                  | 200                  | 30                | 10                  | 0.02   | 0.09                    |
| Sb       | 4                   | 10                   | 200               | 30                  | 0.1    | 0.03                    |
| W        | 30                  | 10                   | 3000              | 200                 | 0.05   | 0.5                     |
| Zn       | 100                 | 10                   | 2                 | 80                  | 10     | 0.1                     |

**C.- Diagrama de los pasos principales a seguir en un análisis por activación con neutrones.**



Los pasos más importantes a seguir en un método consecutivo son:

- Preparación de la muestra.
- Producción de los isótopos por irradiación.
- Separación radio-química total o parcial de los elementos radioactivos individuales, esto se hace cuando no es posible resolver el problema por análisis instrumental o por la resolución de los espectros complejos usando programas de computadora.



- Medición de la radioactividad inducida.
- Evaluación de los datos medidos.

#### D.- Reacciones nucleares.

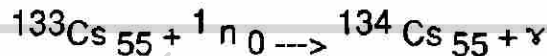
En las bases de las reacciones de radiación nuclear inducida, podemos distinguir tres tipos:

- 1.- Análisis por activación de neutrones (NAA);
- 2.- Análisis por activación de partículas cargadas (CPAA);
- 3.- Análisis por activación de fotones (PAA);

El estudio de la sustancia irradiada puede llevarse a cabo por un retardo consecutivo o una pronta o inmediata medición. El método retardado puede ser destructivo (D) o no destructivo (ND).

Las reacciones nucleares que se obtienen en la activación con neutrones (NAA) son las siguientes:

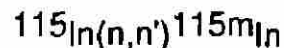
- a) El proceso (n,γ) es la reacción nuclear más común por ejemplo;



o por la notación más simple

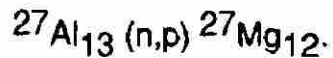


- b) En las reacciones (n,n') puede ocurrir que el análisis pueda ser llevado fuera por la investigación del núcleo remanente en estado excitado, por ejemplo en el caso de la reacción:

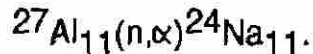


La sección eficaz para la reacción nuclear (n,n') puede alcanzar el valor de  $10^{-29}\text{m}^2$ , debido a la mínima energía de umbral (0.2-1MeV).

- c) Para efecto las reacciones (n,p) arriba de 1 MeV son usualmente necesarias. El número atómico se decrementa aquí por la unidad, el núcleo blanco es transformado en otro elemento.



d) Las reacciones (n,α) similarmente a las reacciones (n,p), se llevan a cabo bajo el efecto de neutrones de alta energía. El número atómico del núcleo blanco se decrementa por dos unidades.



En el caso de reacciones nucleares acompañadas por la emisión de partículas cargadas (protones o partículas α), la energía del neutrón bombardeante debe ser mayor a un valor dado (energía de umbral) en orden para ayudar a la emisión de la partícula positiva sobre la barrera de potencial (Barrera de Coulomb) en la vecindad cerrada del núcleo. Los valores de tales energías de umbral son:

$$E_t = 4.7 \text{ MeV para la reacción } {}^{52}_{24}\text{Cr}(n,p) {}^{52}_{23}\text{V}$$

$$E_t = 8.3 \text{ MeV para la reacción } {}^{55}_{25}\text{Mn}(n,p) {}^{55}_{24}\text{Cr}$$

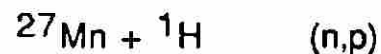
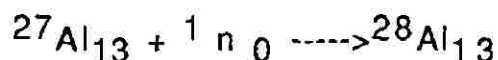
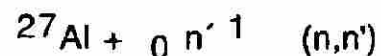
### E.- Consideraciones importantes para las reacciones.

Si el blanco es colocado dentro de un haz de neutrones, la reacción nuclear entre los neutrones y el núcleo blanco toma lugar en dos pasos:

1.- Primero el núcleo blanco absorbe la partícula bombardeante y una transición a un núcleo excitado (núcleo complejo) es formado.

2.- Entonces éste se descompone y emite (como una regla, rápidamente) fotones o nucleones y se estabiliza o un producto de un núcleo radioactivo es formado.

Por ejemplo, los siguientes procesos ocurren con aluminio irradiado.



Las probabilidades de las cuatro reacciones nucleares simultáneas

a una energía dada de neutrón son muy diferentes. Con neutrones térmicos ( $E_n=0.025$  eV), prácticamente el proceso  $(n,\gamma)$  es la única reacción. El átomo blanco captura neutrones, y emite uno o unos rayos gamma cuantizados (gammas rápidos); El número atómico permanece sin cambio y el elemento radioactivo que permanece en el blanco es químicamente idéntico al resto.

Cuando la concentración del elemento a medir es demasiado pequeña se procede a operar al reactor en forma pulsada esto con el objetivo de incrementar el flujo de neutrones a valores más elevados. Por ejemplo en el reactor TRIGA II en modo normal opera a una potencia de 1 MW y en modo pulsado la potencia se incrementa a 1500 MW. Usando detectores apropiados y computadoras, es posible identificar las radiaciones características y vidas medias de los componentes de la muestra activada.

### F.- Ecuaciones para la razón de formación del isótopo producido.

La razón de formación de un isótopo radioactivo producido por una reacción nuclear dada de ese isótopo es:

$$\frac{dN^*}{dt_i} = n \sigma \phi - \lambda N^*$$

donde  $N^*$  es el número de nucleos radioactivos,  $n$  es el número de nucleos blanco que van a ser transformados,  $\sigma$  es la sección eficaz en  $m^2$ ,  $\phi$  es el flujo de neutrones  $1/(m^2 s)$ ,  $t_i$  es el tiempo de irradiación (s),  $\lambda$  es la constante de desintegración del isótopo radioactivo formado (1/s).

Asumimos que  $n$ ,  $\sigma$  y  $\phi$  son constantes, la actividad del isótopo radioactivo dado después de un período de activación  $t_i$ , puede ser calculado por integración:

$$A = A_{\infty} (1 - \exp(-\lambda t_i)). \text{ (Ec II-F-1)}$$

$$A = A_{\infty} (1 - \exp(-0.693 t_i / t_{1/2})). \text{ (Ec II-F-2)}$$

donde  $A$  denota la actividad (Bq),  $t_{1/2}$  la vida media (s), y  $A_{\infty} = n \sigma \phi$  es llamada actividad de saturación.

El valor de  $n$  puede ser calculado por la siguiente fórmula:

$$n = Na m \theta / (P.M). \text{ (Ec II-F-3)}$$

donde  $Na$  es el número de Avogadro  $6.023 \times 10^{23}$  / mol;  $m$  es la masa del elemento en cuestión (gr),  $\theta$  denota la fracción másica de la abundancia del isótopo y  $P.M$  es la masa atómica del elemento.

El factor  $(1 - \exp(-\lambda t_i))$  es llamado factor de saturación denotado por  $S$ . Si el tiempo de irradiación es relativamente alto comparado con la vida media del núcleo formado es decir  $t_i \gg t_{1/2}$  por lo tanto el factor de saturación es cercano a la unidad y la actividad es:

$$A \approx n \sigma \phi . \text{ (Ec II-F-4)}$$

Después de la activación, la actividad del radioisótopo decrece, la muestra se está "enfriando". Con un simple decaimiento exponencial, la actividad  $A_c$  del isótopo después de un tiempo de enfriamiento  $t_c$  será;

$$A_c = A \exp(-\lambda t_c). \text{ (Ec II-F-5)}$$

La abundancia natural de isótopo es muy importante con respecto al cálculo de la sensibilidad y también para determinar la naturaleza de la radiación medida cuando el elemento dado es determinado. Los diferentes isótopos estables de los elementos no se comportan idénticamente cuando son irradiados. Por ejemplo sólo un isótopo natural del oro existe  $^{197}\text{Au}$ , dando con una reacción  $(n, \alpha)$ ,  $^{198}\text{Au}$ , pero hay cuatro isótopos estables del fierro:  $^{54}\text{Fe}$  (5.82 %),  $^{56}\text{Fe}$  (91.66%),  $^{57}\text{Fe}$  (2.19%),  $^{58}\text{Fe}$  (0.33%). Dado que solamente  $^{54}\text{Fe}$  y  $^{58}\text{Fe}$  se activan en la reacción  $(n, \alpha)$ , por lo tanto solo el 6.15 % del fierro puede ser activado.

La sección eficaz es un característica del grado de interacción entre el núcleo blanco y la partícula bombardeante, pero este valor es también función de la energía. Por ejemplo, si las partículas bombardeantes (neutrones) son llevadas a la región térmica, deberá considerarse la sección eficaz térmica cuando la actividad inducida sea calculada. La sección eficaz es algunas veces dada para núcleos individuales (isótopos), en otros casos para la composición natural

isotópica. Es muy importante que esas dos versiones sean distinguidas cuando se lleven a cabo los cálculos.

El incremento del flujo de los neutrones produce un incremento en el número de átomos activados. Por lo tanto la activación es una función del tiempo de irradiación también.

Si el flujo, la sección eficaz, y la actividad del isótopo radiactivo formado del elemento dado son conocidos, la cantidad del elemento en la muestra puede ser calculado por las ecuaciones II-F-1 y II-F-4.

### G.- Métodos de activación con neutrones.

El método relativo es, sin embargo, usado mucho más frecuentemente porque no requiere la medición de la actividad absoluta, y los errores de las fluctuaciones en el flujo son eliminados. En éste caso; la muestra desconocida y el material estándar puro ( que contiene los mismos elementos como la muestra, pero además de masa conocida) son irradiados en el mismo lugar del reactor, por el mismo tiempo y con el mismo flujo: bajo condiciones reales, la actividad específica deberá ser la misma en el estándar y en la muestra desconocida. Además durante la irradiación dentro del reactor el reactor se mantiene en rotación con el objetivo de uniformizar más la irradiación. Si la medición de ambas muestras se lleva a cabo bajo condiciones idénticas ( por ejemplo que la eficiencia de la medición sea igual ) entonces;

$$m = ( m_s A ) / A_s$$

$$m = ( m_s n ) / n_s$$

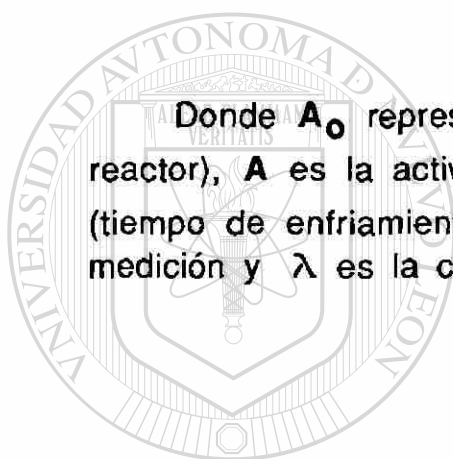
aquí  $m$  y  $m_s$  son las masas de la muestra desconocida y del estándar respectivamente,  $A$  y  $A_s$  sus actividades,  $n$  y  $n_s$  las mediciones de los pulsos contados bajo condiciones idénticas.

El método de comparación es el procedimiento más actual en análisis por activación con neutrones en reactores. El método relativo antes mencionado es muy laborioso, consume tiempo y tiene algunas posibilidades de error cuando el estándar de un elemento debe ser

irradiado y medido en el caso del análisis de algunos ( 20 o más ) elementos. El método de comparación fue reteniendo las ventajas del método relativo clásico, su precisión y exactitud es practicamente la misma, pero en análisis en serie se ahorra gran cantidad de tiempo y tiene la ventaja de permitir la determinación de uno ( o más ) elemento(s) cuantitativamente. Cuando se determina la actividad de las muestras y los estándares es muy importante determinar la hora y el tiempo de medición para cada una porque es necesario ajustar la actividad medida para hacer la comparación de las actividades para el mismo tiempo esto se lleva a cabo con la siguiente ecuación de decaimiento exponencial.

$$A_0 = A / \exp(-\lambda t_e)$$

Donde  $A_0$  representa la actividad en tiempo inicial  $t = 0$  (salida del reactor),  $A$  es la actividad medida después de transcurrido un tiempo  $t_e$  (tiempo de enfriamiento) desde la salida del reactor hasta la hora de medición y  $\lambda$  es la constante de decaimiento del isótopo activado.



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN



DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



## CAPITULO III

### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

#### A.- Equipo experimental.

1.- Reactor nuclear (fuente de neutrones) el usado fué un reactor nuclear de investigación modelo TRIGA MARK II capaz de operar a un nivel de potencia de 1 MW o de 1500 MW en el modo pulsado, cuenta además con un rach rotatorio con capacidad de 80 celdas, así como 5 puertos de acceso para aplicaciones especiales.

2.- Detector para la radiación gamma. Aquí se utilizó un detector coaxial de germanio hiperpuro que tiene una eficiencia de 40 % está encerrado en un envase de aluminio y enfriado con nitrógeno líquido a 77 K, por medio de una barra de cobre inmersa en una botella Deware.

3.- Sistema completo de detección: Consta de una interfase análoga-digital (que convierte la señal del detector amplificada en señal digital), software adecuado, computadora (marca DIGITAL VAX STATION 3100), y sistemas periféricos.

4.- Báscula electrónica.

5.- Estándares.

6.- Equipo de preparación para las muestras como: guantes, tijeras, espátula, cautín, estándares.

#### B.- Cálculo de la actividad esperada de la muestra al extraerla del reactor.

Para el cálculo de la razón de dosis de la muestra en el instante al salir del reactor se cuenta con un programa computacional diseñado para una Macintosh, a éste programa se le introducen los siguientes datos: La masa de la muestra (gr), el flujo de neutrones, el tiempo de irradiación, la concentración de los elementos (para la muestra que introducimos suponemos de manera muy arbitraria que contenía 95 % de silicio y 5 % de zirconio) expresada en unidades de masa y además la cota mínima de razón de dosis, ésta fue de 0.1 mRem/hr. El programa cuenta con una base de datos que contiene la información pertinente de todos los isótopos de los elementos, para el cálculo de la actividad y la

razón de dosis generada por cada elemento y sus isótopos correspondientes, el programa calcula la actividad de cada isótopo en mCi, además de las dosis beta y gamma expresadas en mRem/hr, así como las actividades y dosis totales de todos los elementos activados en la muestra.

### **C.- Preparación de la muestra y los estándares.**

1.- Sí la dosis total de la muestra calculada excede 25 mRem/hr, entonces se procede a repetir el cálculo para una masa menor de muestra, se sugiere por lo tanto que la muestra se encuentre en forma líquida o solución, y sí es sólida, se recomienda en polvo fino para poder disminuir la cantidad de muestra más fácilmente (si es necesario), pero si la muestra es sólida se procede a cortar con alguna herramienta mecánica y después del corte se debe lavar con acetona y agua tridestilada, teniendo cuidado de usar siempre guantes nuevos.

2.- La calibración de la báscula electrónica (marca Mettler AE 163) se lleva a cabo colocando el platillo en la balanza con una hoja nueva de papel encima, y sobre éste un pequeño recipiente cilíndrico de 1 cm. de diámetro y 2 cm. de alto (previamente lavado y limpio) llamado poli-vinil; cerrando la puerta de la báscula, se presiona el botón de reset dos veces hasta que aparezca 160. Se pulsa la tecla de zero esperando que la lectura se estabilice en 0.00000 si no es así, nuevamente se pulsa zero hasta que la lectura de la báscula se estabilice en zeros. Cuando esto sucede la báscula ya está calibrada.

3.- Para la preparación de la muestra se necesitan guantes nuevos; la preparación de la muestra consiste en tomar el pequeño recipiente poly-vinil y colocar en su interior con una pequeña espátula la cantidad de muestra definida anteriormente, es conveniente colocar una pequeña cantidad de muestra y medir su masa, si nos excedemos entonces le sacamos una cantidad proporcional al exceso, pero en el caso de faltante le añadimos un proporcional a la muestra. Una vez medida la masa de la muestra (se registra este valor) se cierra el poli-vinil, se corta un soporte de la tapa con las tijeras limpias, y se sella la tapa de el poly-vinil con calor generado por un cautin especial para este propósito.

4.- Se introduce el poli-vinil sellado e invertido (con la tapa hacia abajo) en un vaso con agua tridestilada y se presiona con los dedos, entonces, si escapa aire del interior se generan pequeñas burbujas

indicando entonces una fuga del recipiente, sí esto sucede se prepara otra muestra, sí ocurre lo contrario se marca el envase o poly-vinil con la punta fina de un cautín colocando un número sobre la superficie del envase, éste número por lo tanto distingue e identifica a la muestra contenida en el poly-vinil. De ésta misma manera se preparan las demás muestras, un poly-vinil vacío y los estándares. Nuevamente se envasan en otro poly-vinil de mayor tamaño.

5.- Ahora son trasladados a un laboratorio radiológico y envasados en otro poly-vinil de mayor tamaño para ser colocados en una canastilla y a través de una ventana conducidos hacia el reactor.

#### **D.- Colocación y extracción de las muestras y estándares en el reactor.**

1.- Para introducir las muestras en el reactor se requiere de dos personas, una que registra la posición de la muestra en el rach (el rach es un gran anillo con 42 perforaciones en su circunferencia donde se coloca cada envase conteniendo cada muestra) y la otra coloca el poly-vinil en un gancho y girando la manivela del carrete, baja el poly-vinil hasta la posición donde va a ser irradiado, éste proceso se repite con todas las muestras y los estándares.

2.- La extracción de las muestras del reactor se lleva a cabo con dos personas; una porta un medidor de geiger y la otra extrae del reactor las muestras de cada posición del rach colocandolas en la canastilla. Si la muestra tiene un grado de actividad inducido muy alto (éstas son llamadas "calientes") se espera un tiempo de enfriamiento antes de ser trasladadas al laboratorio radiológico, las muestras que fueron transportadas al laboratorio son sacadas del tercer poly-vinil y llevadas al sistema de medición.

#### **E.- Calibración del equipo de medición.**

El sistema de medición se calibró con una fuente de Europio 152, donde la computadora tiene la información de los fotopicos obteniendo también la ecuación de calibración que nos relaciona el # de canal con la energía correspondiente del mismo, dando ésta ecuación:

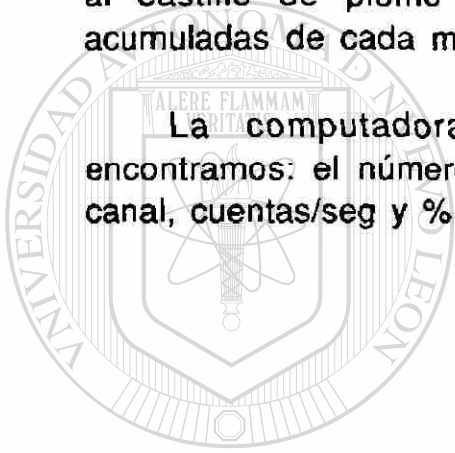
$$\text{Energía(KeV)} = (-2.14037) + (5.01788 \times 10^{-1} * \text{canal}) + 1.63275 \times 10^{-7} * \text{canal}^2$$

#### **F.- Medición de la actividad inducida.**

Las muestras y los estándares son colocados en una banda transportadora semi-automática (con capacidad de 80 muestras) donde son conducidos hacia un castillo de plomo con una ventana por donde entran para ser medidos. Un detector Ge-Li hiperpuro está colocado en la parte superior del castillo a 15 cms. de la muestra.

El sistema de medición se lleva a cabo mediante una interfase conectada al detector y ésta a su vez envía las lecturas a una computadora marca DIGITAL VAX STATION 3100 almacenando la información en la memoria de la máquina o en una estación de memoria adicional. Esta computadora registra la hora de entrada de cada muestra al castillo de plomo así como el tiempo de conteo y las cuentas acumuladas de cada muestra.

La computadora genera el reporte de resultados, donde encontramos: el número de fotopicos, energía, area, back-ground, FWHM, canal, cuentas/seg y % error de cada uno.



# UANL

---

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

## CAPITULO IV

### RESULTADOS Y CALCULOS

#### A.- RESULTADOS OBTENIDOS DE LA MUESTRA EN LA IRRADIACION CORTA

23-JUL-1992 20:46:12.43  
 NUCLEAR ENGINEERING TEACHING LABORATORY  
 NUCLEAR ANALYTICAL SERVICES

\*\*\*\*\* SAMPLE PARAMETERS \*\*\*\*\*

Sample id : sample 3      Sample weight:1.16420E-01 g  
 Project title : MONTERREY PROJECT  
 Configuration : QACAL1006  
 Acquisition time : 23-JUL-1992 14:55:46.59  
 Decay Corrected to : 23-JUL-1992 00:00:00.00  
 Preset live time : 0 00:08:20.00      Preset real time : 0 00:00:00.00  
 Elapsed live time : 0 00:08:20.00      Elapsed real time: 0 00:09:23.07

\*\*\*\*\*  
 Detector name : TENNELECT40      Ave efficiency :40.00000  
 Calibration date : 23-JUL-1992 11:10:08.86      Geometry :sample  
 changer  
 # of iterations :10      FWHM :7.76873E-01  
 Energy Tolerance : 2.00000      Sensitivity :10.00000  
 KeV/Channel : 5.01788E-01      Start channel :25  
 Half life ratio : 8.00000      Stop channel :4096  
 Energy(KeV)=(-2.14037E+00)+(5.01788E-01)  
 \*Channel+(1.63275E-07)\*Channel\*\*2  
 FWHM (KeV) = (7.76873E-01) + (3.67163E-02) \* SQRT (Energy)

\*\*\*\*\*

| pk | lt | Energy  | Area   | Bkgnd | FWHM | Channel | Left | Pw | Cts/Sec  | %Err |
|----|----|---------|--------|-------|------|---------|------|----|----------|------|
| 1  | 0  | 94.38   | 1909   | 24102 | 1.27 | 192.33  | 189  | 8  | 3.82E+00 | 14.2 |
| 2  | 0  | 510.82  | 20983  | 44571 | 2.82 | 1021.93 | 1013 | 20 | 4.20E+01 | 2.6  |
| 3  | 0  | 788.68  | 2608   | 6865  | 2.04 | 1575.19 | 1569 | 13 | 5.22E+00 | 6.9  |
| 4  | 0  | 846.77  | 832117 | 24384 | 2.01 | 1690.85 | 1681 | 21 | 1.66E+03 | 0.1  |
| 5  | 0  | 1090.86 | 2304   | 4131  | 2.44 | 2176.66 | 2171 | 13 | 4.61E+00 | 6.1  |
| 6  | 0  | 1293.17 | 1913   | 4540  | 2.53 | 2579.23 | 2571 | 14 | 3.83E+00 | 8.0  |
| 7  | 0  | 1299.39 | 3665   | 5322  | 3.29 | 2591.61 | 2585 | 15 | 7.33E+00 | 4.7  |
| 8  | 0  | 1368.61 | 4920   | 6486  | 2.45 | 2729.31 | 2721 | 18 | 9.84E+00 | 4.1  |
| 9  | 0  | 1602.34 | 4032   | 8996  | 3.71 | 3194.21 | 3184 | 22 | 8.06E+00 | 6.2  |
| 10 | 0  | 1692.52 | 2340   | 4612  | 3.38 | 3373.55 | 3364 | 20 | 4.68E+00 | 7.6  |
| 11 | 0  | 1810.94 | 124630 | 8356. | 2.80 | 3609.00 | 3597 | 25 | 2.49E+02 | 0.3  |

## B.- RESULTADOS OBTENIDOS DE LA MUESTRA EN LA IRRADIACION LARGA

7-AUG-1992 11:34:54.55

NUCLEAR ENGINEERING TEACHING LABORATORY

NUCLEAR ANALYTICAL SERVICES

\*\*\*\*\* SAMPLE PARAMETERS\*\*\*\*\*

Sample id : sample 3 Sample weight : 1.16420E-01 g  
 Project title : MONTERREY PROJECT  
 Configuration : GEO0040  
 Acquisition time : 6-AUG-1992 21:59:16.22  
 Decay Corrected to : 4-AUG-1992 16:36:00.00  
 Preset live time : 0 00:00:00.00 Preset real time : 0 00:45:00.00  
 Elapsed live time : 0 00:44:11.92 Elapsed real time : 0 00:45:00.00

\*\*\*\*\*

Detector name : TENNELECT40 Ave efficiency : 30.00000  
 Calibration date : 29-JUL-1992 11:45:22.37 Geometry : 25 CM  
 # of iterations : 10 FWHM : 1.69957E+00  
 Energy Tolerance : 2.00000 Sensitivity : 5.00000  
 KeV/Channel : 4.99483E-01 Start channel : 25  
 Half life ratio : 8.00000 Stop channel : 4096  
 Energy(KeV)=(1.61774E+00)+(4.99483E-01)  
 \*Channel+(-5.85355E-08)\*Cannel\*\*2  
 FWHM (KeV) = (1.69957E+00) + (3.84821E-02) \* SQRT (Energy)

\*\*\*\*\*

| Pk | It | Energy  | Area   | Bkgnd | FWHM | Channel | Left | Pw | Cts/Sec  | %Err | Fit      |
|----|----|---------|--------|-------|------|---------|------|----|----------|------|----------|
| 1  | 3  | 28.16   | 10709  | 2018  | 2.90 | 53.13   | 48   | 24 | 4.04E+00 | 1.6  | 5.04E+02 |
| 2  | 3  | 31.00   | 5393   | 10836 | 2.49 | 58.83   | 48   | 24 | 2.03E+00 | 5.3  |          |
| 3  | 3  | 33.74   | 4054   | 19351 | 3.00 | 64.30   | 48   | 24 | 1.53E+00 | 7.5  |          |
| 4  | 0  | 74.02   | 14322  | 47815 | 3.77 | 144.95  | 136  | 20 | 5.40E+00 | 3.8  |          |
| 5  | 0  | 85.42   | 7381   | 35175 | 3.24 | 167.77  | 161  | 16 | 2.78E+00 | 5.8  |          |
| 6  | 0  | 103.90  | 4391   | 25645 | 2.41 | 203.15  | 197  | 12 | 1.66E+00 | 7.4  |          |
| 7  | 0  | 121.68  | 2474   | 27203 | 2.19 | 240.38  | 234  | 13 | 9.33E-01 | 13.8 |          |
| 8  | 0  | 510.80  | 58034  | 26296 | 3.84 | 1019.54 | 1007 | 27 | 2.19E+01 | 0.9  |          |
| 9  | 0  | 834.37  | 1346   | 10604 | 2.60 | 1667.54 | 1661 | 13 | 5.07E-01 | 16.0 |          |
| 10 | 0  | 841.54  | 1220   | 10166 | 2.09 | 1681.91 | 1676 | 13 | 4.60E-01 | 17.4 |          |
| 11 | 0  | 889.25  | 6134   | 13356 | 2.91 | 1777.47 | 1770 | 16 | 2.31E+00 | 4.4  |          |
| 12 | 0  | 963.31  | 922    | 11315 | 2.35 | 1925.82 | 1920 | 13 | 3.48E-01 | 23.9 |          |
| 13 | 0  | 1099.04 | 4918   | 23866 | 2.97 | 2197.68 | 2189 | 19 | 1.85E+00 | 7.6  |          |
| 14 | 0  | 1120.43 | 4727   | 24894 | 3.03 | 2240.54 | 2232 | 18 | 1.78E+00 | 8.0  |          |
| 15 | 0  | 1291.50 | 3194   | 6316  | 3.14 | 2583.22 | 2576 | 18 | 1.20E+00 | 5.3  |          |
| 16 | 0  | 1368.45 | 296564 | 12250 | 3.66 | 2737.37 | 2722 | 32 | 1.12E+02 | 0.2  |          |
| 17 | 0  | 1524.55 | 4553   | 4017  | 3.60 | 3050.10 | 3040 | 20 | 1.72E+00 | 3.3  |          |
| 18 | 0  | 1596.00 | 494    | 3467  | 2.09 | 3193.26 | 3184 | 16 | 1.86E-01 | 23.4 |          |
| 19 | 0  | 1731.12 | 19601  | 9234  | 4.30 | 3463.99 | 3448 | 38 | 7.39E+00 | 1.5  |          |

1020091551



**C.- RESULTADOS OBTENIDOS DEL ESTANDAR 1632A EN LA IRRADIACION CORTA**

23-JUL-1992 20:45:38.90

NUCLEAR ENGINEERING TEACHING LABORATORY

NUCLEAR ANALYTICAL SERVICES

\*\*\*\*\*SAMPLE PARAMETERS\*\*\*\*\*

Sample id :Sample 14 (coal) Sample weight : 6.98500E-02 gm  
 Project title : MONTERREY PROJECT  
 Configuration : QACAL1002  
 Acquisition time : 23-JUL-1992 15:25:27.05  
 Decay Corrected to : 23-JUL-1992 00:00:00.00  
 Preset live time : 0 00:08:20.00 Preset real time : 0 00:00:00.00  
 Elapsed live time : 0 00:08:00.00 Elapsed real time : 0 00:08:22.94

Detector name : TENNELECT40 Ave efficiency :40.00000  
 Calibration date : 23-JUL-1992 11:10:08.86 Geometry :sample changer  
 # of iterations :10 FWHM : 7.76873E-01  
 Energy Tolerance :2.00000 Sensitivity : 10.00000  
 KeV/Channel : 5.01788E-01 Start channel : 25  
 Half life ratio : 8.00000 Stop channel : 4096

Energy(KeV)=(-2.14037E+00)+(5.01788E-01)\*Channel+(1.6327E-07)\*  
 Channel\*\*2

FWHM (KeV) = (7.76873E-01) + (3.67163E-02) \* SQRT (Energy)

| Pk | It | Energy  | Area  | Bkgnd | FWHM | Channel | Left | Pw | Cts/Sec  | %Err | Fit      |
|----|----|---------|-------|-------|------|---------|------|----|----------|------|----------|
| 1  | 0  | 47.07   | 1090  | 2382  | 1.82 | 98.08   | 92   | 13 | 2.18E+00 | 9.6  |          |
| 2  | 0  | 94.67   | 1769  | 2086  | 1.13 | 192.91  | 188  | 11 | 3.54E+00 | 5.6  |          |
| 3  | 0  | 121.81  | 877   | 1974  | 1.27 | 247.00  | 242  | 11 | 1.75E+00 | 10.5 |          |
| 4  | 0  | 165.68  | 321   | 1673  | 1.33 | 334.42  | 330  | 10 | 6.41E-01 | 24.6 |          |
| 5  | 0  | 361.79  | 328   | 940   | 1.35 | 725.11  | 718  | 13 | 6.56E-01 | 20.8 |          |
| 6  | 0  | 511.17  | 2566  | 1296  | 2.67 | 1022.61 | 1013 | 24 | 5.13E+00 | 4.4  |          |
| 7  | 0  | 554.64  | 223   | 547   | 1.23 | 1109.19 | 1106 | 9  | 4.46E-01 | 20.4 |          |
| 8  | 0  | 776.33  | 220   | 507   | 1.63 | 1550.61 | 1543 | 15 | 4.41E-01 | 23.9 |          |
| 9  | 2  | 841.67  | 531   | 475   | 2.03 | 1680.69 | 1675 | 29 | 1.06E+00 | 9.4  | 3.24E+00 |
| 10 | 2  | 846.87  | 10183 | 352   | 1.74 | 1691.04 | 1675 | 29 | 2.04E+01 | 1.1  |          |
| 11 | 0  | 963.37  | 362   | 460   | 2.05 | 1922.93 | 1918 | 12 | 7.23E-01 | 13.4 |          |
| 12 | 0  | 1293.42 | 5517  | 372   | 2.17 | 2579.71 | 2570 | 17 | 1.10E+01 | 1.6  |          |
| 13 | 0  | 1368.54 | 5820  | 325   | 2.21 | 2729.16 | 2719 | 18 | 1.16E+01 | 1.5  |          |
| 14 | 0  | 1524.81 | 615   | 213   | 2.36 | 3040.01 | 3032 | 17 | 1.23E+00 | 7.0  |          |
| 15 | 0  | 1642.98 | 571   | 146   | 2.36 | 3275.02 | 3266 | 22 | 1.14E+00 | 7.7  |          |
| 16 | 0  | 1732.19 | 366   | 182   | 2.58 | 3452.43 | 3444 | 20 | 7.32E-01 | 11.2 |          |
| 17 | 0  | 1810.86 | 1688  | 188   | 2.66 | 3608.84 | 3597 | 23 | 3.38E+00 | 3.3  |          |

**D.- RESULTADOS OBTENIDOS DEL ESTANDAR 1633A EN LA IRRADIACION CORTA**

23-JUL-1992 20:45:48.33  
 NUCLEAR ENGINEERING TEACHING LABORATORY  
 NUCLEAR ANALYTICAL SERVICES

\*\*\*\*\*SAMPLE PARAMETERS\*\*\*\*\*

Sample id :Sample 15 (Fash) Sample weight : 1.32960E-01 gm  
 Project title : MONTERREY PROJECT  
 Configuration : QACAL1003  
 Acquisition time : 23-JUL-1992 15:34:54.90  
 Decay Corrected to : 23-JUL-1992 00:00:00.00  
 Preset live time : 0 00:08:20.00 Preset real time : 0 00:00:00.00  
 Elapsed live time : 0 00:08:00.00 Elapsed real time : 0 00:08:36.45

Detector name : TENNELECT40 Ave efficiency :40.00000  
 Calibration date : 23-JUL-1992 11:10:08.86 Geometry :sample changer  
 # of iterations :10 FWHM : 7.76873E-01  
 Energy Tolerance : 2.00000 Sensitivity : 10.00000  
 KeV/Channel : 5.01788E-01 Start channel : 25  
 Half life ratio : 8.00000 Stop channel : 4096

Energy(KeV)=(-2.14037E+00)+(5.01788E-01)\*Channel+(1.6327E-07)\*  
 Channel\*\*2

FWHM (KeV) = (7.76873E-01) + (3.67163E-02) \* SQRT (Energy)

| Pk | It | Energ  | Area  | Bkgnd | FWHM | Channel | Left | Pw | Cts/Sec  | %Err | Fit      |
|----|----|--------|-------|-------|------|---------|------|----|----------|------|----------|
| 1  | 0  | 40.09  | 3036  | 12517 | 1.38 | 84.15   | 79   | 10 | 6.07E+00 | 7.2  |          |
| 2  | 0  | 47.01  | 14218 | 14751 | 1.66 | 97.94   | 92   | 13 | 2.84E+01 | 2.0  |          |
| 3  | 5  | 53.79  | 3771  | 6979  | 1.11 | 111.47  | 106  | 13 | 7.54E+00 | 4.1  | 1.38E+00 |
| 4  | 5  | 55.25  | 1409  | 7812  | 1.35 | 114.36  | 106  | 13 | 2.82E+00 | 12.1 |          |
| 5  | 0  | 74.80  | 789   | 7270  | 1.10 | 153.33  | 151  | 7  | 1.58E+00 | 18.5 |          |
| 6  | 0  | 94.64  | 23222 | 11590 | 1.16 | 192.86  | 187  | 12 | 4.64E+01 | 1.1  |          |
| 7  | 0  | 103.22 | 2371  | 9284  | 1.26 | 209.95  | 205  | 10 | 4.74E+00 | 7.8  |          |
| 8  | 0  | 121.74 | 10375 | 9754  | 1.25 | 246.87  | 242  | 11 | 2.07E+01 | 2.1  |          |
| 9  | 0  | 165.82 | 6380  | 8208  | 1.20 | 334.69  | 330  | 10 | 1.28E+01 | 2.9  |          |
| 10 | 0  | 279.73 | 2431  | 5744  | 1.48 | 561.63  | 558  | 9  | 4.86E+00 | 6.0  |          |
| 11 | 0  | 344.37 | 1942  | 4579  | 1.39 | 690.40  | 686  | 10 | 3.88E+00 | 6.9  |          |
| 12 | 0  | 361.75 | 3183  | 4388  | 1.41 | 725.03  | 720  | 10 | 6.37E+00 | 4.3  |          |
| 13 | 0  | 388.67 | 3075  | 4551  | 1.45 | 778.63  | 774  | 11 | 6.15E+00 | 4.6  |          |
| 14 | 0  | 486.93 | 1228  | 3948  | 1.55 | 974.34  | 969  | 10 | 2.46E+00 | 10.1 |          |
| 15 | 0  | 511.02 | 10727 | 8814  | 2.74 | 1022.33 | 1013 | 21 | 2.15E+01 | 2.4  |          |

|    |   |         |        |      |      |         |      |    |          |              |
|----|---|---------|--------|------|------|---------|------|----|----------|--------------|
| 16 | 0 | 559.13  | 3205   | 4384 | 1.61 | 1118.14 | 1113 | 10 | 6.41E+00 | 4.3          |
| 17 | 0 | 633.41  | 1201   | 5130 | 1.54 | 1266.05 | 1263 | 9  | 2.40E+00 | 11.3         |
| 18 | 0 | 121.74  | 1066   | 2500 | 1.54 | 1429.09 | 1424 | 10 | 2.13E+00 | 9.3          |
| 19 | 0 | 165.82  | 1481   | 2405 | 1.61 | 1665.54 | 1657 | 15 | 2.96E+00 | 7.6          |
| 20 | 2 | 279.73  | 6336   | 1776 | 1.89 | 1680.78 | 1673 | 27 | 1.27E+01 | 1.8 2.36E+01 |
| 21 | 2 | 344.37  | 113721 | 1591 | 1.81 | 1691.03 | 1673 | 27 | 2.27E+02 | 0.3          |
| 22 | 0 | 361.75  | 4295   | 1784 | 1.89 | 1923.03 | 1916 | 14 | 8.59E+00 | 2.6          |
| 23 | 0 | 388.67  | 5276   | 1470 | 2.29 | 2579.68 | 2570 | 17 | 1.06E+01 | 2.2          |
| 24 | 0 | 486.93  | 20679  | 1368 | 2.23 | 2729.10 | 2718 | 19 | 4.14E+01 | 0.8          |
| 25 | 0 | 511.02  | 5358   | 1865 | 2.57 | 3039.94 | 3028 | 25 | 1.07E+01 | 2.6          |
| 26 | 0 | 559.13  | 940    | 1139 | 1.99 | 3182.20 | 3175 | 14 | 1.88E+01 | 8.4          |
| 27 | 0 | 1731.98 | 1130   | 847  | 3.16 | 3452.00 | 3443 | 19 | 2.26E+00 | 6.8          |
| 28 | 0 | 1810.91 | 17462  | 1109 | 2.62 | 3608.93 | 3597 | 23 | 3.49E+01 | 0.9          |

**E.- RESULTADOS OBTENIDOS DEL BOTE VACIO EN LA IRRADIACION CORTA**

23-JUL-1992 20:46:49.61

NUCLEAR ENGINEERING TEACHING LABORATORY  
NUCLEAR ANALYTICAL SERVICES

\*\*\*\*\*SAMPLE PARAMETERS\*\*\*\*\*

Sample id : Sample -0 (blank) Sample weight : 1.00000E+00 gm  
 Project title : MONTERREY PROJECT  
 Configuration : QACAL1011  
 Acquisition time : 23-JUL-1992 18:00:52.06  
 Decay Corrected to : 23-JUL-1992 00:00:00.00  
 Preset live time : 0 00:08:20.00 Preset real time : 0 00:00:00.00  
 Elapsed live time : 0 00:08:00.00 Elapsed real time : 0 00:08:20.93

Detector name : TENNELECT40 Ave efficiency :40.00000  
 Calibration date : 23-JUL-1992 11:10:08.86 Geometry :sample changer  
 # of iterations :10 FWHM : 7.76873E-01  
 Energy Tolerance : 2.00000 Sensitivity : 10.00000  
 KeV/Channel : 5.01788E-01 Start channel : 25  
 Half life ratio : 8.00000 Stop channel : 4096

$$\text{Energy(KeV)} = (-2.14037E+00) + (5.01788E-01) * \text{Channel} + (1.6327E-07) * \text{Channel}^2$$

$$\text{FWHM (KeV)} = (7.76873E-01) + (3.67163E-02) * \text{SQRT (Energy)}$$

| Pk | It | Energy  | Area | Bkgnd | FWHM | Channel | Left | Pw | Cts/Sec  | %Err | Fit |
|----|----|---------|------|-------|------|---------|------|----|----------|------|-----|
| 1  | 0  | 510.86  | 391  | 344   | 2.64 | 1022.00 | 1014 | 16 | 7.81E-01 | 11.6 |     |
| 2  | 0  | 1293.45 | 9530 | 100   | 2.20 | 2579.79 | 2569 | 19 | 1.91E+01 | 1.0  |     |
| 3  | 5  | 1642.41 | 88   | 8     | 2.04 | 3273.89 | 3263 | 19 | 1.76E-01 | 12.4 |     |

## F.- CALCULOS.

Primero obtenemos del reporte de la muestra los siguientes datos:  
 masa de la muestra =  $0.11642 \pm 0.00429\%$  gr.

tiempo de lectura =  $9:23.07$  min. =  $9.3845 \pm 0.0010\%$  min.

hora de conteo =  $14.9296$  hrs.

Ahora es necesario calcular la actividad específica por unidad de tiempo y por unidad de masa, lo haremos para el primer valor:

Actividad específica =

$$1909 \pm 14.2 \% / ( 0.11642 \pm 0.00429\% * 9.3845 \pm 0.00100\%)$$

dando como resultado  $1747 \pm 14.2\%$  cuentas/ (min \* gr)

| pico | área               | identificación  | cuentas / (min-gr) |
|------|--------------------|---|--------------------|
| 1    | $1909 \pm 14.2\%$  | Desprosió 165.  | $1747 \pm 14.2 \%$ |
| 2    | $20983 \pm 2.6\%$  | Este se desecha porque aparece también en el bote vacío.                              |                    |
| 3    | $2608 \pm 6.9\%$   | Galio 72.   | $2387 \pm 6.9\%$   |
| 4    | $832117 \pm 0.1\%$ | Manganeso 56.   | $761633 \pm 0.1\%$ |
| 5    | $2304 \pm 6.1\%$   | Indio 116.  | $2109 \pm 6.1\%$   |
| 6    | $1913 \pm 8\%$     | Este se desecha porque pertenece al argón del aire también presente en el bote vacío. |                    |
| 7    | $3665 \pm 4.7 \%$  | Indio 114.  | $3355 \pm 4.7\%$   |
| 8    | $4920 \pm 4.1 \%$  | Sodio 24.   | $4503 \pm 4.1\%$   |
| 9    | $4032 \pm 6.2\%$   | Galio 72.   | $3690 \pm 6.2\%$   |
| 10   | $2340 \pm 7.6\%$   | Antimonio 124.  | $2142 \pm 7.6\%$   |
| 11   | $124630 \pm 0.3\%$ | Manganeso 56.   | $114073 \pm 0.3\%$ |

De la misma manera tabulamos para el estándar NBS 1632A, considerando:

masa del estándar =  $0.06985 \pm 0.00716\%$  gr.  
 tiempo de lectura =  $8.38233 \pm 0.0010\%$  min.  
 hora de conteo = 15.42418 hrs.  
 tiempo transcurrido después de la lectura de la muestra = 0.4946 hrs.

| pico | área              | identificación | cuentas / (min-gr)<br>ajustadas con el<br>decaimiento |
|------|-------------------|----------------|---|
| 2    | $1769 \pm 5.6\%$  | Desproσιο 165. | *   |
| 10   | $10183 \pm 1.1\%$ | Manganeso 56.  | $19864 \pm 1.1\%$                                     |
| 13   | $5820 \pm 1.5\%$  | Sodio 24.      | $10170 \pm 1.5\%$                                     |

\* Valor no calculable debido a que la constante de desintegración es pequeña, para éste caso debemos realizar la medición un tiempo corto después de sacada la muestra del reactor, para éste propósito hace falta un sistema neumático (llamado "rabbit") no disponible.

Y para el estándar NBS 1633A, considerando:

masa del estándar =  $0.13296 \pm 0.00376\%$  gr.  
 tiempo de lectura =  $8.6075 \pm 0.0010\%$  min.  
 hora de conteo = 15.5819 hrs.  
 tiempo transcurrido después de la lectura de la muestra = 0.6523 hrs.

| pico | área               | identificación | cuentas / (min-gr)<br>ajustadas con el<br>decaimiento |
|------|--------------------|----------------|---|
| 6    | $23222 \pm 1.1\%$  | Desproσιο      | *   |
| 21   | $113721 \pm 0.3\%$ | Manganeso 56.  | $118400 \pm 0.3\%$                                    |
| 24   | $20679 \pm 0.8\%$  | Sodio 24.      | $18622 \pm 0.8\%$                                     |

## G.- CONCENTRACIONES DE LOS ELEMENTOS EN LA MUESTRA

Para calcular las concentraciones procedemos a obtener una relación lineal entre el elemento contabilizado en la muestra, con su masa y el elemento reportado en el estándar con su respectiva masa. Veamos el cálculo para encontrar la concentración de Manganeseo 56 en la muestra.

En el estándar 1633A se reporta un 0.023% de MnO, si el peso molecular del Manganeseo es de 54.9380 gr/mol, y el peso molecular del Oxígeno es 15.9994 gr/mol. Ahora sacamos la concentración de Manganeseo en el estándar

$$(54.9380 \cdot 0.023\%) / (54.9380 + 15.9994) = 0.0178\%$$

Entonces para la relación con la muestra tenemos

$$0.0178\% \text{-----} \rightarrow 118400 \pm 0.3\%$$

$$X \% \text{-----} \rightarrow 761633 \pm 0.1\%$$

En la muestra hay un **0.115 % ± 0.4% de Manganeseo** y un **0.041 % ± 4.9 % de Sodio** en la muestra.

Ahora si consideramos al estándar 1632A, éste nos reporta  $29.8 \pm 7.38\%$  p.p.m. (partes por millón) de Manganeseo y  $800 \pm 10\%$  p.p.m. de Sodio, con respecto a éste estándar obtenemos

$$\begin{array}{l} 19864 \pm 1.1\% \text{-----} \rightarrow 29.8 \% 7.38\% \text{ p.p.m.} \\ 761633 \pm 0.1\% \text{-----} \rightarrow Y \end{array}$$

Donde **Y = 1142.6 ± 8.58% p.p.m. de Manganeseo**

Para el Sodio

$$10170 \pm 1.5\% \text{-----} \rightarrow 800 \pm 10\% \text{ p.p.m.}$$

$$4503 \pm 4.1\% \text{-----} \rightarrow Z$$

Finalmente **Z = 354.2 ± 15.6% p.p.m. de Sodio**



## CAPITULO V

### CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### A.- Conclusiones

1.- Para el análisis de una muestra desconocida es necesario introducirla al reactor con 2 o 3 estándares, para llevar a cabo la primera irradiación corta. Analizando el espectro de la muestra podemos identificar algunos elementos presentes en la muestra, una vez identificados buscamos a éstos elementos en los estándares para poderlos cuantificar.

En el análisis de las sales de zirconio identificamos: Desproσιο 56, Galio 72, Manganeso 56, Indio 116, indio 114, Sodio 24 y Antimonio 124. Observamos que los estándares NBS 1632A y NBS1633A carecían de: Galio, Indio y Antimonio; por lo tanto no fué posible cuantificarlos.

Afortunadamente el Sodio y el Manganeso estaban presentes en ambos estándares, por lo tanto debemos seleccionar la medición de mayor precisión en los estándares (la medición con menos error), para calcular la concentración de estos elementos en la muestra.

2.- Cuando deseamos medir la concentración de un elemento o elementos identificados, entonces preparamos los estándares necesarios que contengan los elementos de interés ya cuantificados para aplicar el método, irradiando nuevamente y de ésta manera medir su concentración en la muestra. Por ejemplo si nos interesa medir al Galio, Indio o Antimonio en la muestra.

3.- Es necesario mencionar que la cantidad de Desproσιο o cualquier elemento (como: Aluminio, Litio, Plomo) con una vida media muy pequeña del orden de segundos o minutos no se podría cuantificar porque es necesario que la medición de la actividad se lleve a cabo lo más pronto posible (algunos segundos o minutos) después de salir del reactor; por lo tanto es necesario el uso de un sistema neumático llamado "rabbit", no disponible en el laboratorio.

#### B.- Recomendaciones

1.- Cuando un elemento a medir está presente en concentraciones muy bajas es recomendable pulsar el reactor, ésto provoca un incremento considerable en el flujo de neutrones y así es posible activar más átomos en la muestra.

**2.-** Es conveniente analizar la muestra primero con una irradiación corta, donde podemos identificar algunos elementos en la muestra y así interesarnos en la medición de uno o unos elementos en especial, y poder seleccionar el estándar más conveniente para una segunda irradiación.

**3.-** También se puede llevar a cabo una irradiación larga del orden de algunas horas, donde es posible identificar más elementos que en la irradiación corta.

**4.-** Después de una irradiación larga frecuentemente se obtienen espectros donde el fotopico de un elemento se empalma con otro, para éste caso es conveniente llevar a cabo varias mediciones dejando un intervalo de tiempo prudente entre cada medición, ésto se hace con el objetivo de permitir la desaparición de los espectros de vida media más corta y ver los espectros de vida media más larga con mayor claridad, antes opacados por los elementos activados con vida media más corta.

**5.-** Observando el decaimiento de la actividad del fotopico con respecto al tiempo es posible determinar la vida media del elemento correspondiente.

---

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

## **APENDICE A**

### **I Mediciones y Errores**

#### **A.- Definiciones**

Las mediciones generalmente involucran la utilización de un instrumento como un medio físico para determinar una cantidad o variable. El medidor sirve como una extensión de las facultades humanas y en muchos casos habilita a una persona para determinar el valor de una cantidad desconocida, que con las facultades humanas innatas no podría medir. Un instrumento entonces, se puede definir como un dispositivo para determinar el valor o magnitud de una cantidad o variable. El instrumento electrónico, como su nombre lo indica, se basa en principios electrónicos para realizar su función. Un instrumento electrónico puede ser un dispositivo de construcción relativamente simple tal como un medidor de corriente cd. A medida que la tecnología se ha desarrollado, sin embargo, la demanda de instrumentos más exactos y elaborados se ha incrementado y se han producido nuevos desarrollos en el diseño y aplicaciones de estos dispositivos. Para usar estos medidores inteligentemente, se necesita comprender sus principios de operación y apreciar su importancia para las aplicaciones intentadas.

El trabajo en mediciones emplea una serie de términos los cuales debemos definir aquí.

**1.- Instrumento:** un dispositivo empleado para determinar el valor o magnitud de una cantidad o variable.

**2.- Exactitud:** la cercanía con la cual la lectura de un instrumento se aproxima al valor verdadero de la variable medida.

**3.- Precisión:** una medida de la repetibilidad de las mediciones; esto es, dado un valor fijo de una variable, la precisión es una medida del grado con el cual las mediciones sucesivas difieren una de la otra.

**4.- Sensibilidad:** la relación de la señal de salida o respuesta del instrumento al cambio de la entrada o variable medida.

**5.- Resolución:** el cambio más pequeño en el valor medido para el cual el instrumento responderá.

**6.- Error:** la desviación del valor verdadero al valor medido.

Se pueden utilizar varias técnicas para minimizar el efecto de los errores. Por ejemplo, al hacer mediciones de precisión, es recomendable

registrar una serie de mediciones en vez de confiar en una sola observación. Métodos alternos de medición, así como el uso de diferentes instrumentos para realizar el mismo experimento proveen de una buena técnica para mejorar la exactitud. Aún cuando estas técnicas tienden a incrementar la precisión de la medición reduciendo los errores al azar o del ambiente, no pueden evitar el error instrumental.

## **B.- Exactitud y precisión.**

1.- Exactitud se refiere al agrado de acercamiento, aproximación o conformidad al valor verdadero de la cantidad bajo medición. La precisión se refiere al grado de concordancia dentro de un grupo de mediciones o instrumentos.

2.- La precisión se compone de dos características: conformidad y el número de cifras significativas con las cuales se puede realizar la medición.

El error creado por las limitaciones de la escala es un error de precisión. La conformidad es una condición necesaria pero no suficiente para la precisión por la falta de cifras significativas. Similarmente, la precisión es una condición necesaria pero no suficiente para la exactitud.

Muy a menudo el estudiante principiante se inclina a aceptar las lecturas de los instrumentos tal como se presentan y no está prevenido acerca de que la exactitud de las mediciones no está garantizada necesariamente por su precisión. En efecto, una buena técnica de medición demanda escepticismo continuo acerca de la exactitud de los resultados.

En trabajos críticos, una buena práctica dicta que el observador debe hacer un conjunto independiente de mediciones, usando diferentes instrumentos o diferentes técnicas de medición no sujetas a los mismos errores sistemáticos. Se debe estar seguro también de que el instrumento funciona apropiadamente y está calibrado contra conocidos estándares y que no está fuera de ciertos efectos que influyen la exactitud de sus mediciones.

### C.-Cifras significativas.

Una indicación de la precisión de las mediciones se obtiene a partir del número de cifras significativas con las cuales se expresa el resultado. Las cifras significativas dan información con respecto a la magnitud y la precisión de las mediciones de una cantidad. Entre más cifras significativas, mayor es la precisión de una medición.

Por ejemplo, si se especifica que una cantidad tiene un valor de 68, su valor debe estar tan cercano a 68 más que a 67 o 69. Si el valor se describe como 68.0 significa que su valor debe estar más cercano a 68.0 que a 67.9 o 68.1. En 68 hay dos cifras significativas, en tanto que en 68.0 hay tres. El último, con más cifras significativas, expresa una medición de mayor precisión que la primera.

Sin embargo, el número total de dígitos no representa necesariamente la precisión de la medición. Frecuentemente, números grandes con ceros antes de un punto decimal se utilizan para aproximar poblaciones o cantidades de dinero. Por ejemplo, la población de una ciudad se reporta con seis cifras como 380,000. Esto puede implicar que el valor verdadero de la población yace entre 379,999 y 380,001 los cuales tienen seis cifras significativas. Lo que significa, sin embargo, es que la población está más cerca de 380,000 que de 370,000 ó 390,000. Puesto que en este caso la población se puede expresar únicamente con dos cifras significativas, ¿cómo se pueden expresar grandes números?

Una notación correcta, más técnica, emplea potencias de diez,  $38 \times 10^4$  o  $3.8 \times 10^5$ . Esto significa que la población es exacta únicamente hasta dos cifras significativas. La incertidumbre originada por los ceros a la izquierda del punto decimal se resuelve normalmente por medio de la notación científica que utiliza potencias de diez.

Es costumbre registrar una medición con todos los dígitos con los cuales se le acerca a su valor verdadero. Por ejemplo, en la lectura de un voltímetro, el voltaje se puede leer como 117.1 V. Esto simplemente indica que el voltaje leído por el observador con la mejor estimación está más cercano a 117.1 V. que a 117.0 V. ó 117.2 V. Otra forma de expresar este resultado consiste en indicar el rango del error posible. El voltaje se puede indicar como  $117.1 \pm 0.05$  V, indicando que el valor del voltaje yace entre 117.05 V y 117.15 V.

Cuando un buen número de mediciones independientes se toman con el



esfuerzo de obtener la mejor respuesta posible (más cercana al valor verdadero), el resultado normalmente se expresa como la media aritmética de todas las lecturas, con el rango del error posible como la mayor desviación de la media o el promedio.

Ejemplo: Cuatro observadores tomaron un conjunto de mediciones independientes y las registraron como: 117.02, 117.11, 117.08 y 117.03. Calcule: a) El valor promedio. B) El rango del error.

$$\text{Valor promedio} = (117.02 + 117.11 + 117.08 + 117.03) / 4 = 117.06$$

$$\text{Rango} = \text{valor máximo} - \text{valor promedio} = 117.11 - 117.06 = 0.05$$

pero  $\text{valor promedio} - \text{valor mínimo} = 117.06 - 117.02 = 0.04$  el rango promedio del error equivale a  $(0.05 + 0.04) / 2 = \pm 0.045 = \pm 0.05$ .

Cuando se suman dos o más mediciones con diferente grado de exactitud, el resultado es solamente tan exacto como la medición menos exacta. Por ejemplo: Si dos mediciones son 18.7 y 3.624 la suma de estos valores es 22.324 (cinco cifras significativas) = 22.3 las cifras dudosas son en la suma son 2 y 4. No es valioso retener los últimos dos dígitos porque uno de los valores es exacto solamente en tres cifras significativas o décimos. Por tanto el resultado también se reduce a tres cifras significativas o sea, 22.3.

El número de cifras significativas en la multiplicación se puede incrementar rápidamente, pero de nuevo solamente las cifras apropiadas se retienen en la respuesta, como en el siguiente ejemplo: Si se tienen dos valores 3.18 y 35.68 el producto de estos valores es  $3.18 \times 35.68 = 113.4624 = 113$  puesto que hay tres cifras significativas involucradas en la multiplicación, la respuesta se puede escribir solamente con un máximo de tres cifras significativas. En el ejemplo la primera cantidad tiene tres cifras significativas y la segunda tiene cuatro cifras significativas; el resultado de la multiplicación tiene solamente tres. Lo anterior ilustra que la respuesta no se puede conocer con una exactitud mayor que el factor menos pobremente definido. Obsérvese también que si se acumulan dígitos extras en la respuesta, ellos se deben descartar o redondear. En la práctica, si el dígito (menos significativo) en el primer lugar para descarte es menor que cinco, éste y los siguientes se



eliminan de la respuesta. Esto se hizo en el último ejemplo. Si el dígito en el primer lugar para ser descartado es cinco o más, el dígito previo se incrementa en uno. Para una precisión de tres dígitos por consiguiente, 113.46 se debe redondear a 113; y 113.74 a 114.

La suma de cifras con un rango de duda se ilustra en el siguiente ejemplo: Sumar  $826 \pm 5$  a  $628 \pm 3$ . Aquí podemos definir a cada cantidad como:

$$\begin{aligned} &826 \pm 5 (= \pm 0.605\%) \\ &628 \pm 3 (= \pm 0.477\%) \\ \text{Suma} &= 1,454 \pm 8 (= \pm 0.55\%) \end{aligned}$$

Observe que en el ejemplo las partes dudosas se suman, puesto que el signo  $\pm$  significa que el número puede ser alto y el otro bajo. La peor combinación posible del rango de duda se debe tomar en la respuesta. El porcentaje de duda en las cifras originales, no difieren mucho del porcentaje de duda en el resultado final.

De la misma forma si dos números se restan, como en el ejemplo anterior, y se trata de los mismos dos números se puede hacer una comparación entre la suma y la resta con respecto al rango de duda.

Sustraer  $628 \pm 3$  de  $826 \pm 5$  y expresar el rango de duda en la respuesta como un porcentaje.

---

$$\begin{aligned} &826 \pm 5 (= \pm 0.605\%) \\ &628 \pm 3 (= \pm 0.477\%) \\ \text{Diferencia} &= 198 \pm 8 (= \pm 4.04\%) \end{aligned}$$

#### DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

De nuevo como en el ejemplo anterior, las partes dudosas se suman. Comparando los resultados de la suma y de la resta de los mismos números en los ejemplos se observa que la precisión de los resultados, cuando se expresa en porcentajes, difiere bastante. El resultado final después de la resta muestra un incremento grande en el porcentaje dudoso comparado con el porcentaje respectivo después de la suma. El porcentaje de duda se incrementa aún más cuando la diferencia entre los números es relativamente pequeña. Considérese el caso ilustrado en la siguiente operación.

Reste  $437 \pm 4$  de  $462 \pm 4$  y exprese el rango de duda en la respuesta como un porcentaje.

$$462 \pm 4 (= \pm 0.87\%)$$

$$437 \pm 4 (= \pm 0.92\%)$$

$$\text{Diferencia} = 25 \pm 8 (= \pm 32\%).$$

El ejemplo ilustra claramente el porqué se deben evitar técnicas de medición que dependan de la resta de resultados experimentales porque el rango de duda en el resultado final se incrementa grandemente.

#### D.-Tipos de errores

Ninguna medición se puede efectuar con una exactitud perfecta, pero es importante hallar cuál es la exactitud actual y cómo los diferentes errores entran en la medición. Un estudio de los errores es el primer paso para determinar la exactitud del resultado final y sus errores.

Los errores pueden provenir de diferentes fuentes y normalmente se clasifican bajo tres categorías principales:

**1.- Errores brutos:** comprenden los errores humanos, tales como mala lectura de los instrumentos, ajuste incorrecto y aplicación inapropiada de ellos y errores de cómputo.

**2.- Errores sistemáticos:** provienen de los instrumentos, tal como el desgaste o defecto de ellos y los efectos del medio ambiente en el equipo.

**3.- Errores al azar:** aquellos debidos a causas que no se pueden establecer directamente debido a variaciones al azar en el parámetro o en el sistema de medición.

Cada una de estas clases de errores se discutirán brevemente y se sugerirán algunos métodos para su reducción o eliminación.

## 1.- a) Errores brutos.

Esta clase de errores cubre principalmente los errores humanos en la lectura o utilización de los instrumentos y en el registro y cálculo de los resultados de las mediciones. Los errores brutos se cometerán inevitablemente mientras participen humanos en las mediciones. Aún cuando la eliminación completa de estos errores es imposible probablemente, se debe tratar de anticiparlos y corregirlos. Algunos de estos errores se detectan fácilmente, pero otros son muy evasivos. Un error que frecuentemente cometen los principiantes consiste en el uso inapropiado de un instrumento. En general, los instrumentos indicadores cambian sus condiciones de funcionamiento cuando se conectan a un circuito completo, de tal forma que la cantidad medida se altera por el método empleado. Por ejemplo, un detector muy bien calibrado puede dar una lectura errada cuando está en presencia de una fuente muy intensa, y el mismo detector puede dar una lectura más fiel cuando la intensidad de la fuente es baja.

Los errores causados por el efecto de la intensidad pueden evitarse, utilizándose el detector inteligentemente. Por ejemplo un sistema de detección calibrado con una fuente de baja intensidad no debe usarse para medir una intensidad alta.

Un gran número de los errores brutos se pueden atribuir a la falta de cuidado o los malos hábitos, tal como la lectura inapropiada de un instrumento, registro de los resultados en forma a las lecturas obtenidas, ajuste incorrecto de los instrumentos. Es fácil utilizar una escala que no corresponde al rango seleccionado. Otro error puede ocurrir cuando el instrumento no está en ceros antes de empezar a ocuparlo.

Errores como estos no se pueden tratar matemáticamente. Se pueden evitar solamente teniendo cuidado en la lectura y registro de los datos de medida. Una buena práctica consiste en efectuar más de una lectura de la misma cantidad, preferentemente por un observados distinto. Nunca dependa de una sola lectura, tome al menos tres lecturas separadas.

## **2.- a) Errores sistemáticos.**

Este tipo de error normalmente se divide en dos categorías diferentes:

**2.- a)-1 errores instrumentales**, debidos a deficiencias del instrumento;

**2.- a)-2 errores ambientales**, debido a condiciones externas que afectan la medición.

**2.- a)-1** Los errores instrumentales son errores inherentes a los instrumentos de medición por su estructura mecánica. Otros errores instrumentales son los errores de calibración, por los cuales el instrumento lee más alto o más bajo a lo largo de toda su escala. (No colocar el instrumento en cero antes de hacer una medición tiene un efecto similar).

Existen muchas clases de errores instrumentales, dependiendo del instrumento utilizado. El experimentador debe siempre tomar todas las precauciones necesarias para que el instrumento que está empleando esté funcionando apropiadamente y no contribuya con errores excesivos. Las fallas en los instrumentos se pueden detectar checando por comportamiento errático y la estabilidad y reproductibilidad de los resultados. Una forma fácil y rápida de checar un instrumento es compararlo con otro de sus mismas características o con uno que se conoce más exacto.

Los errores instrumentales se pueden evitar: (1) seleccionando el instrumento adecuado para la aplicación particular; (2) aplicando los factores de corrección después de determinar la cantidad del error instrumental; (3) calibrando el instrumento contra un patrón.

Los errores ambientales se deben a las condiciones externas del dispositivo de medida, incluyendo las condiciones en el área que rodea el instrumento, tales como los efectos de cambio en la temperatura, humedad, presión barométrica o los campos electrostáticos y magnéticos. Un cambio en la temperatura ambiental a la cual se usa el instrumento causa un cambio en las propiedades elásticas del resorte en el mecanismo móvil afectando la lectura del instrumento. Medidas correctivas para reducir estos efectos incluyen: aire acondicionado,

sellamiento hermético de ciertos componentes, uso de blindajes magnéticos, etc.

Los errores sistemáticos también se pueden dividir en errores estáticos y dinámicos. Los errores estáticos se originan por las limitaciones de los dispositivos de medida o por las leyes físicas que gobiernan su comportamiento. En un micrómetro se introduce un error estático cuando se le aplica al eje una excesiva presión. Los errores dinámicos se causan porque el instrumento no responde lo suficientemente rápido para seguir los cambios de la variable medida.

### **3.- a) Errores al azar**

Estos errores se deben a causas desconocidas y ocurren cuando todos los errores sistemáticos se han contabilizado. En los experimentos bien diseñados, normalmente ocurren pocos errores al azar, pero en los trabajos de alta exactitud ellos son importantes. Suponga que un voltaje se está controlando por medio de un voltímetro que lee a intervalos de media hora. Aun cuando el instrumento se opere bajo condiciones ambientales ideales y se ha calibrado exactamente antes de la medición, se encontrará que las lecturas varían ligeramente sobre el período de observación. Esta variación no se puede corregir por ningún método conocido de control y no se puede explicar sin una investigación minuciosa. La única forma de eliminar estos errores es incrementando el número de lecturas y utilizar medios estadísticos para obtener la mejor aproximación al valor verdadero de la cantidad bajo medición.

### **E.- Análisis Estadístico**

El análisis estadístico de los datos de las mediciones es una práctica común porque permite determinar analíticamente la incertidumbre del resultado final. El resultado de un método de medición se puede predecir con base en la muestra de datos sin tener una información detallada de los factores de disturbio. Para que los métodos estadísticos y su interpretación sean significativos, se requiere normalmente un gran número de mediciones. También, los errores

sistemáticos deben ser pequeños comparados con los errores residuales o al azar, porque el tratamiento estadístico no puede remover tendencias fijas contenidas en todas las mediciones.

### 1.- Media aritmética.

El valor más probable de una medida variable es la media aritmética de las lecturas tomadas. La mejor aproximación se logra cuando el número de lecturas de la misma cantidad es muy grande. Teóricamente, un número infinito de lecturas daría el mejor resultado, aún cuando en la práctica solamente se pueden hacer un número finito de mediciones. La media aritmética está dada por la siguiente expresión:

$$\bar{x} = (x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n) / n = \sum x_i / n$$

donde  $\bar{x}$  = media aritmética.

$x_1, x_2, x_n$  = lecturas tomadas.

$n$  = número de lecturas.

### 2.- Desviación de la media

La desviación es el alejamiento de una lectura dada de la media aritmética del grupo de lecturas. Si  $d_1$  es la desviación de la primera lectura,  $x_1$  y  $d_2$  es para la segunda lectura,  $x_2$ , entonces la desviación de la media se puede expresar como:

$$d_1 = x_1 - \bar{x} \quad d_2 = x_2 - \bar{x} \quad d_n = x_n - \bar{x}$$

Observe que las desviaciones de la media pueden tener un valor positivo o negativo y que la suma algebraica de todas las desviaciones debe ser cero.

### 3.- Desviación promedio

La desviación promedio es una indicación de la precisión de los instrumentos empleados al hacer las mediciones. Instrumentos altamente precisos darán una desviación promedio baja de las lecturas. Por definición, la desviación promedio es la suma de los valores



absolutos de las desviaciones divididas por el número de lecturas. La desviación promedio se puede expresar como:

$$D = ( |d_1| + |d_2| + |d_3| + \dots + |d_n| ) / n = (\sum |d|) / n$$

#### 4.- Desviación estándar

En el análisis estadístico de errores al azar, la desviación de la raíz de la media al cuadrado o desviación estándar es una ayuda valiosa. Por definición, la desviación estándar o de un número infinito de datos es la raíz cuadrada de la suma de todas las desviaciones individuales al cuadrado, dividido por el número de lecturas. Expresado matemáticamente:

$$\partial = \sqrt{(d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2) / n} = \sqrt{\sum d_i^2 / n}$$

En la práctica el número posible de observaciones es finito. La desviación estándar de un número finito de datos está dada por:

$$\partial = \sqrt{(d_1^2 + d_2^2 + d_3^2 + \dots + d_n^2) / (n-1)} = \sqrt{\sum d_i^2 / (n-1)}$$

Otra expresión para la misma cantidad es la varianza o desviación media al cuadrado, la cual es la misma cantidad como la desviación estándar excepto que la raíz cuadrada no se extrae. Por consiguiente:

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

$$\text{Varianza} = \text{desviación media al cuadrado} = \partial^2$$

La varianza es una cantidad conveniente en muchos cálculos porque tiene la propiedad aditiva. La desviación estándar, sin embargo, tiene la ventaja de tener las mismas unidades de la variable, haciendo fácil su comparación de magnitudes. La mayoría de los resultados científicos se establecen en términos de desviación estándar.

## F.- Probabilidad de errores

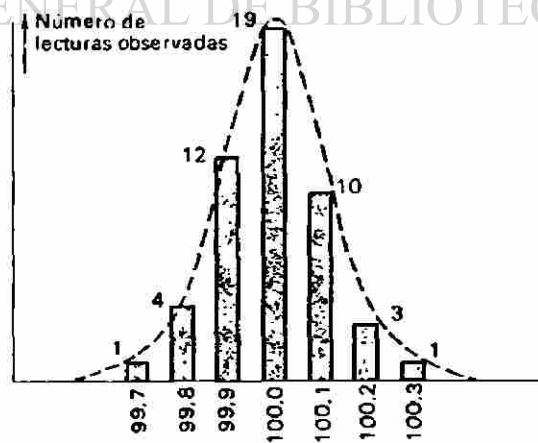
Distribución normal de errores.

La tabla A-F-1 muestra una tabulación de 50 lecturas que se tomaron en un pequeño intervalo de tiempo y se registraron con una aproximación de 0.1

Tabulación de las lecturas

| Lectura | Número de lecturas |
|---------|--------------------|
| 99.7    | 1                  |
| 99.8    | 4                  |
| 99.9    | 12                 |
| 100.0   | 19                 |
| 100.1   | 10                 |
| 100.2   | 3                  |
| 100.3   | 1                  |
| ---     | 50                 |

El valor nominal de la medición era de 100.0. El resultado de ésta serie de mediciones se puede representar gráficamente en la forma de un diagrama de barras o histograma en el cual el número de observaciones se grafica contra cada lectura observada. El histograma presenta los datos de la tabla.



La figura muestra que el mayor número de lecturas ocurre en el valor central de 100.0, mientras que las otras lecturas se colocan más o menos simétricamente a cada lado del valor central. Si se toman más lecturas con incrementos más pequeños, digamos 200 lecturas a intervalos de 0.05, la distribución de las observaciones permanecerá aproximadamente simétrica al valor central y la forma del histograma será casi igual. Con más y más datos, tomados a incrementos más y más pequeños, el contorno del histograma llegará a ser una curva suave, como lo indica la línea punteada de la figura. Esta curva en forma de campana se conoce como la curva gaussiana. Entre más puntiaguda y angosta sea la curva, el observador puede establecer en forma más definitiva que el valor más probable de la lectura verdadera es el valor central o lectura media.

La ley gaussiana o normal de los errores forma la base del estudio analítico de los efectos al azar. Aún cuando el tratamiento matemático de este tema es más profundo, se establecen los siguientes postulados cualitativos basados en la ley normal:

1) Todas las observaciones incluyen pequeños disturbios, llamados errores al azar.

2) Los errores al azar pueden ser positivos o negativos.

3) Existe una probabilidad igual de tener errores al azar positivos y negativos.

Por consiguiente podemos esperar que las mediciones observadas incluyan errores positivos y negativos en igual cantidad, de tal forma que el error total sea pequeño y el valor medio sea el valor verdadero de la medida variable.

Las posibilidades para la forma de la curva de distribución de los errores se pueden establecer como sigue:

a) Errores pequeños son más probables que los errores grandes.

b) Errores muy grandes son muy improbables.

c) Hay una probabilidad igual de tener errores positivos o negativos de tal forma que la probabilidad de un error será simétrica alrededor del valor nulo.

La curva de distribución del error de la figura se basa en la ley normal y muestra una distribución simétrica de los errores. Esta curva normal se puede considerar como la curva límite del histograma de la figura

anterior en la cual el valor más probable de la medición verdadera es el valor medio de 100.0.

### G.-Error probable

El área bajo la curva de probabilidad gaussiana de la figura, entre los límites  $+\infty$  y  $-\infty$ , representa el número total de observaciones. El área bajo la curva entre  $+\delta$  y  $-\delta$  representa los casos que difieren de la media en más de una desviación estándar. La integración del área bajo la curva dentro de los límites de  $\pm\delta$  da el número total de casos dentro de estos límites. Para datos normalmente dispersos, siguiendo la distribución gaussiana, aproximadamente el 68% de todos los casos yacen entre los límites de  $+\delta$  y  $-\delta$  de la media. Los valores correspondientes de otras desviaciones expresadas en términos de  $\delta$  se dan en la tabla A-F-2.

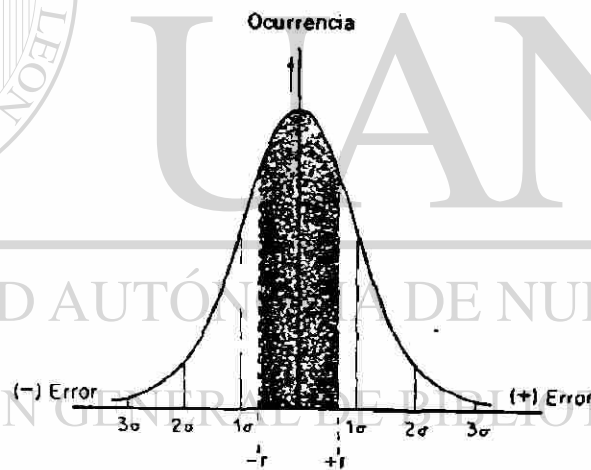


Tabla A-F-2

Area bajo la curva de probabilidad

Desviación ( $\pm$ )  
( $\delta$ )

0.6745

1.0

2.0

3.0

Fracción sombreada del  
área total

0.5000

0.6828

0.9546

0.9972

Por ejemplo, un gran número de resistencias de  $100.00 \Omega$ , con una desviación estándar de  $0.20 \Omega$ , se conoce que en promedio el 68 % (aproximadamente 2/3) de todas las resistencias tienen valores que yacen entre los límites de  $\pm 0.20 \Omega$  de la media. Hay aproximadamente un chance de dos a uno de que cualquier resistencia, seleccionada al azar del lote, caiga entre estos límites. Si se quiere tener un mayor número, la desviación se puede extender hasta el límite de  $\pm 2\delta$ , en este caso  $\pm 0.40 \Omega$ . De acuerdo a la tabla A-F-2 esto incluye ahora el 95 % de todos los casos, dando un chance de diez a uno de que cualquier resistencia seleccionada al azar yace dentro de  $\pm 0.40 \Omega$  del valor medio de  $100.00 \Omega$ . La tabla A-F-2 muestra también que la mitad de los casos están incluidos dentro de los límites de la desviación de  $\pm 0.6745 \delta$ . La cantidad  $r$  se llama error probable y se define como:

$$\text{error probable } r = \pm 0.6475 \delta$$

Este valor es probable en el sentido que hay un chance igual que cualquier observación tendrá un error al azar no mayor de  $\pm r$ . El error probable se utilizó en el trabajo experimental en el pasado, pero la desviación estándar es más conveniente en el trabajo estadístico y se le da preferencia.

## H.- Errores límites

En la mayoría de los instrumentos la exactitud se garantiza hasta cierto porcentaje de la lectura a plena escala. Los componentes de los circuitos (tales como: condensadores, resistencias, etc.) se garantizan dentro de un cierto rango de su valor nominal. Los límites de estas desviaciones del valor especificado se conocen como errores límites o errores garantizados. Por ejemplo, si una resistencia se especifica como  $500\Omega \pm 10\%$ , el fabricante garantiza que la resistencia del elemento cae dentro de los límites del  $450\Omega$  y  $550\Omega$ . El fabricante no especifica la desviación estándar o el error probable, pero promete que el error no es mayor que el límite establecido.

Ejemplo: Un voltímetro de 0-150 V tiene una exactitud garantizada a plena escala de 1%. El voltaje medido por este instrumento es de 83 V. Calcular el error límite en porcentaje.

Solución: La magnitud del error límite es  $0.01 \times 150 \text{ V} = 1.5 \text{ V}$   
El error en porcentaje de la indicación de 83 V del medidor es:

$$(1.5/83) \times 100 \% = 1.81\%$$

Es importante observar en el ejemplo que un medidor se garantiza que tenga una exactitud mejor que el 1% de su lectura a plena escala, pero cuando él lee 83 v el error límite se incrementa al 1.81%. De la misma forma, cuando se mide un voltaje más pequeño, el error límite se incrementará más. Si el medidor lee 60 V, el error límite en porcentaje es  $(1.5/60) \times 100 = 2.5\%$ ; si el medidor lee 30 V, el error límite es  $(1.5/30) \times 100 = 5\%$ . El incremento en el error límite en porcentaje ocurre porque la magnitud del error especificado para el medidor es una cantidad fija basada en la lectura a plena escala. El ejemplo anterior descrito muestra la importancia de tomar lecturas lo más cerca posible de plena escala.

Mediciones o cálculos, se hacen a menudo de errores garantizados. El siguiente ejemplo ilustra tales cálculos.

Tres cajas decadales cada una garantizada al  $\pm 0.1\%$  se usan en un puente de Wheatstone para medir una resistencia desconocida  $R_x$ . Cálculense los límites en  $R_x$  impuestos por las cajas decadales.

Solución: La ecuación de balance del puente muestra que  $R_x$  se puede determinar en términos de las resistencias de las cajas decadales y que  $R_x = (R_1 \cdot R_2) / R_3$ , donde  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son las resistencias de las cajas, garantizadas al 0.1%. Uno puede reconocer que los dos términos del numerador pueden ser ambos positivos y estar en el límite del 0.1% y que el denominador puede estar en el límite negativo del 0.1%, dando como resultado un error del 0.3%. El error garantizado se obtiene entonces tomando la suma directa de todos los errores posibles y adoptando el signo algebraico de la peor combinación posible.

Como un ejemplo adicional, utilicemos la relación  $P = I^2 R$ , para mostrar el cálculo de la disipación de potencia en una resistencia.

La corriente que circula a través de una resistencia de  $100 \pm 0.2 \Omega$  es de  $2.00 \pm 0.01 \text{ A}$ . Utilizando la relación  $P = I^2 R$ , calcularemos el error límite en el valor computado de la disipación de potencia.

Solución: Expresando los errores garantizados tanto de la corriente como de la resistencia en porcentaje en vez de unidades tenemos:



$$I = 2.00 \pm 0.01 \text{ A} = 2.00 \text{ A} \pm 0.5\%$$

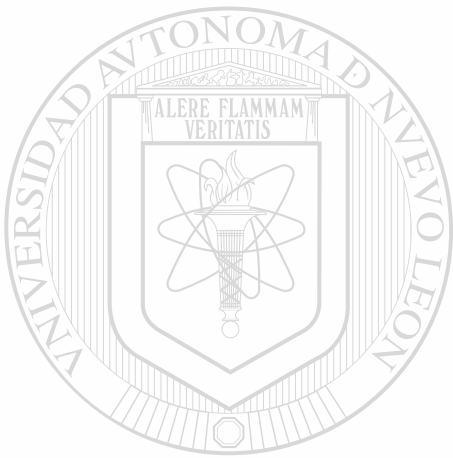
$$R = 100 \pm 0.02 \Omega = 100 \Omega \pm 0.2\%$$

Si se usa la peor combinación de los errores, el error límite en la disipación de potencia es ( $P = I^2 R$ ) :

$$(2 \times 0.5\%) + 0.2\% = 1.2\%$$

La disipación de potencia se puede escribir como:

$$P = I^2 R = (2.00)^2 \times 100 = 400 \text{ W} \pm 1.2\% = 400 \pm 4.8 \text{ W.}$$



# UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

## APENDICE B

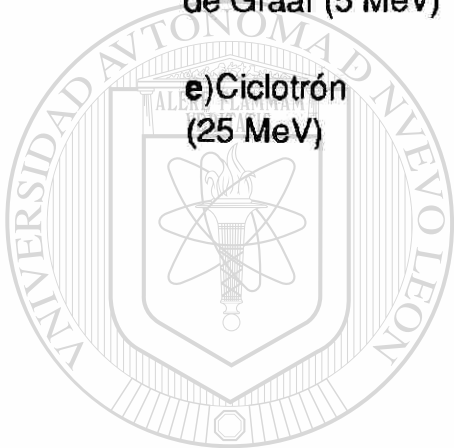
### FUENTES DE RADIACION PARA ANALISIS POR ACTIVACION.

Las principales características de las fuentes de neutrones usadas para análisis por activación se presentan aquí:

| Tipo de la fuente                             | Característica de la radiación                 | Intensidad promedio de la radiación        |
|---|--|--|
| <b>1.- Reactor nuclear</b>                    |  |  |
| a) Reactor nuclear experimental               | Neutrones rápidos y lentos ( 2 Mev )           | $10^{16}$ - $10^{18}$ 1/(m <sup>2</sup> s) |
| b) Training reactor y lentos                  | Neutrones rápidos                              | $10^{15}$ - $10^{16}$ 1/(m <sup>2</sup> s) |
| c) Reactor pulsado                            | Neutrones rápidos y lentos                     | $10^{20}$ - $10^{22}$ 1/(m <sup>2</sup> s) |
| <b>2.- Generadores de neutrones</b>           |  |  |
| a) Generador de neutrones Ng-2                | Rápidos (14 MeV) y neutrones lentos            | $10^{10}$ 1/s<br>$10^8$ 1/s                |
| b) Generador de tubo cerrado (Soviético NG-2) | Rápidos (14 MeV) y neutrones lentos            | $10^{10}$ 1/s<br>$10^7$ 1/s                |
| <b>3.- Fuentes isotópicas de neutrones</b>    |  |  |
| a) <sup>240</sup> Pu-Be                       | Neutrones rápidos y lentos (1-6 MeV)           | $10^5$ - $10^8$ 1/s                        |
| b) <sup>241</sup> Am-Be                       |  |  |
| c) <sup>239</sup> Pu-Be                       |  |  |
| d) Multiplicadores de neutrones               | Neutrones rápidos y lentos (arriba del cadmio) | $10^5$ - $10^8$ 1/s                        |
| e) <sup>252</sup> Cf (1 mg)                   | Espectro de fisión                             | $10^8$ - $10^9$ 1/s                        |

#### 4.- Aceleradores

|                                   |  |                                     |
|-----------------------------------|--|-------------------------------------|
| a) Acelerador lineal              | p,d,He,radiación- $\gamma$               | $10^{11}$ 1/s                       |
| b) Betatrón (30 MeV)              | Neutrones rápidos<br>radiación- $\gamma$ | 20 mGy/s<br>0.3 mGy/s               |
| c) Microtrón (30 MeV)             | Neutrones rápidos<br>radiación- $\gamma$ | $10^{11}$ 1/s,300 mGy/s<br>40 mGy/s |
| d)Acelerador Van de Graaf (5 MeV) | Protón, deuterón<br>helio                | $10^{14}$ 1/s<br>$10^{13}$ 1/s      |
| e)Ciclotrón (25 MeV)              | He, p, deuterón                          | $10^{14}$ - $10^{15}$ 1/s           |

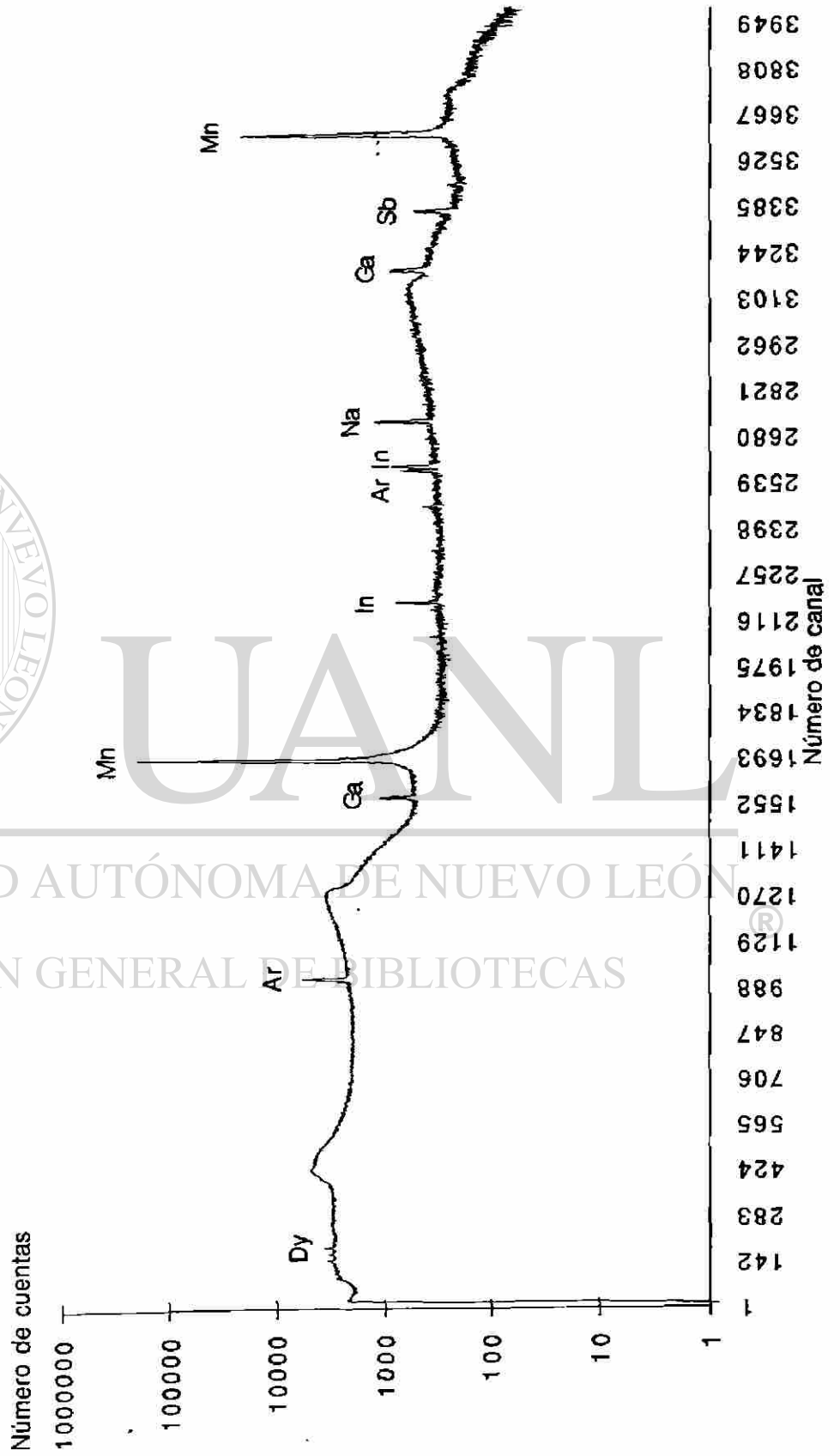
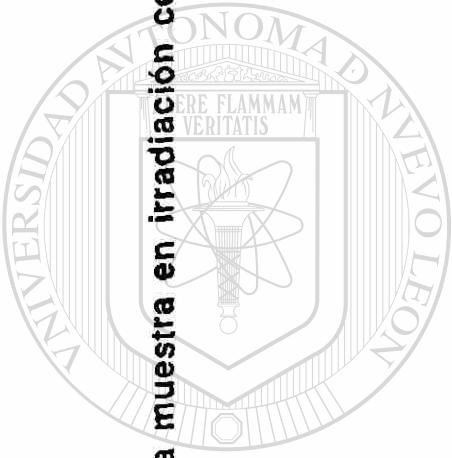


# UANL

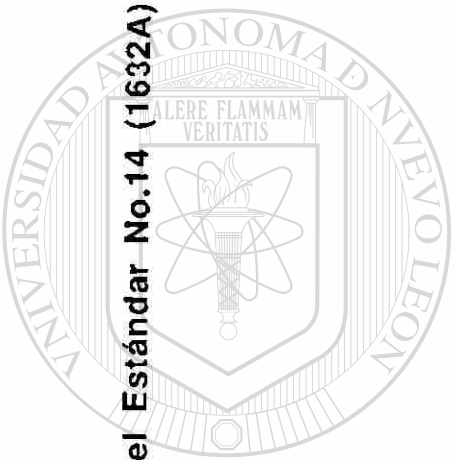
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

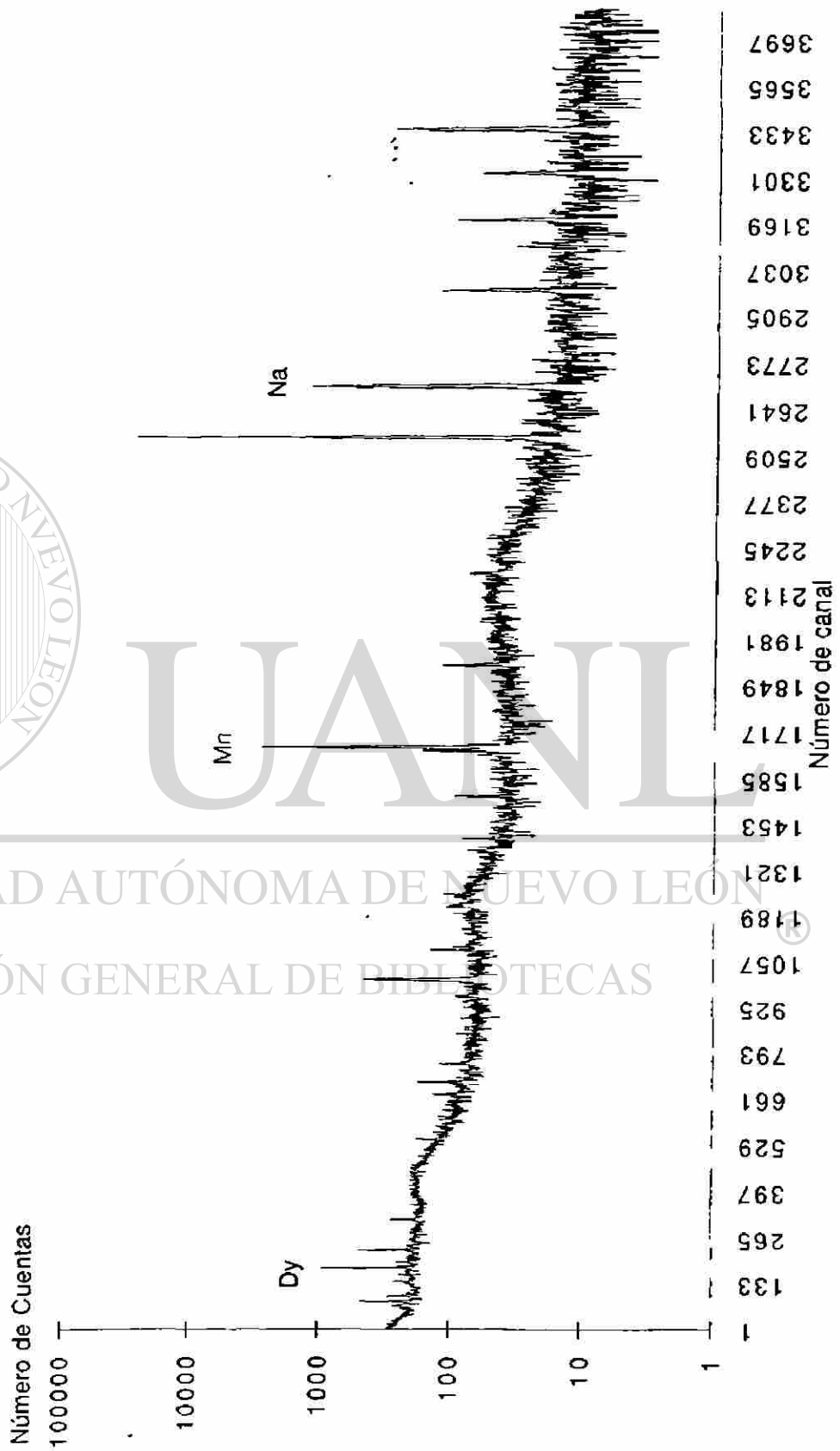
**Espectro de la muestra en irradiación corta**



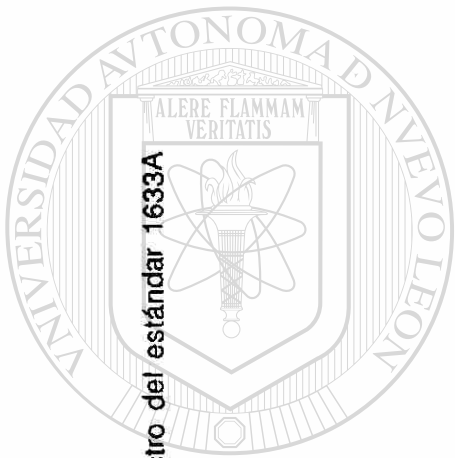
UANL  
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



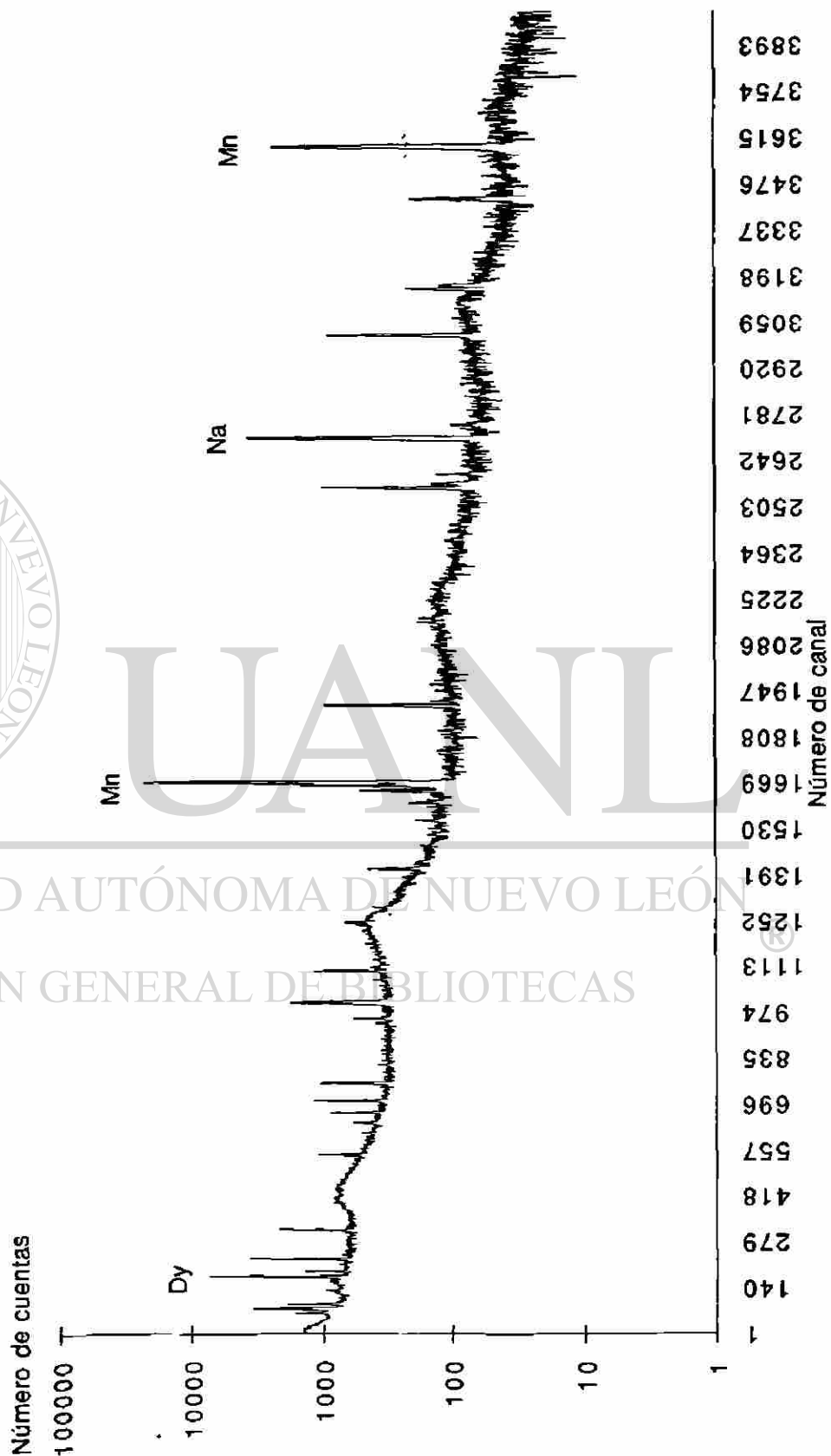
Espectro del Estándar No.14 (1632A)



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS



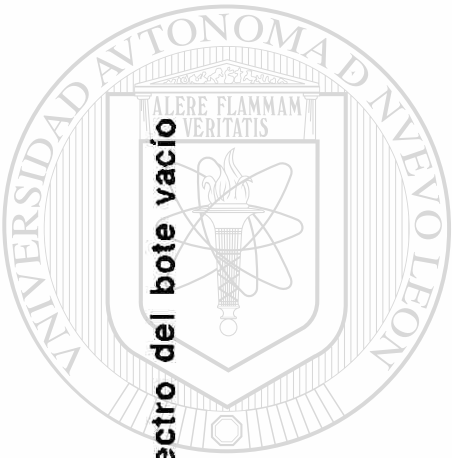
Espectro del estándar 1633A



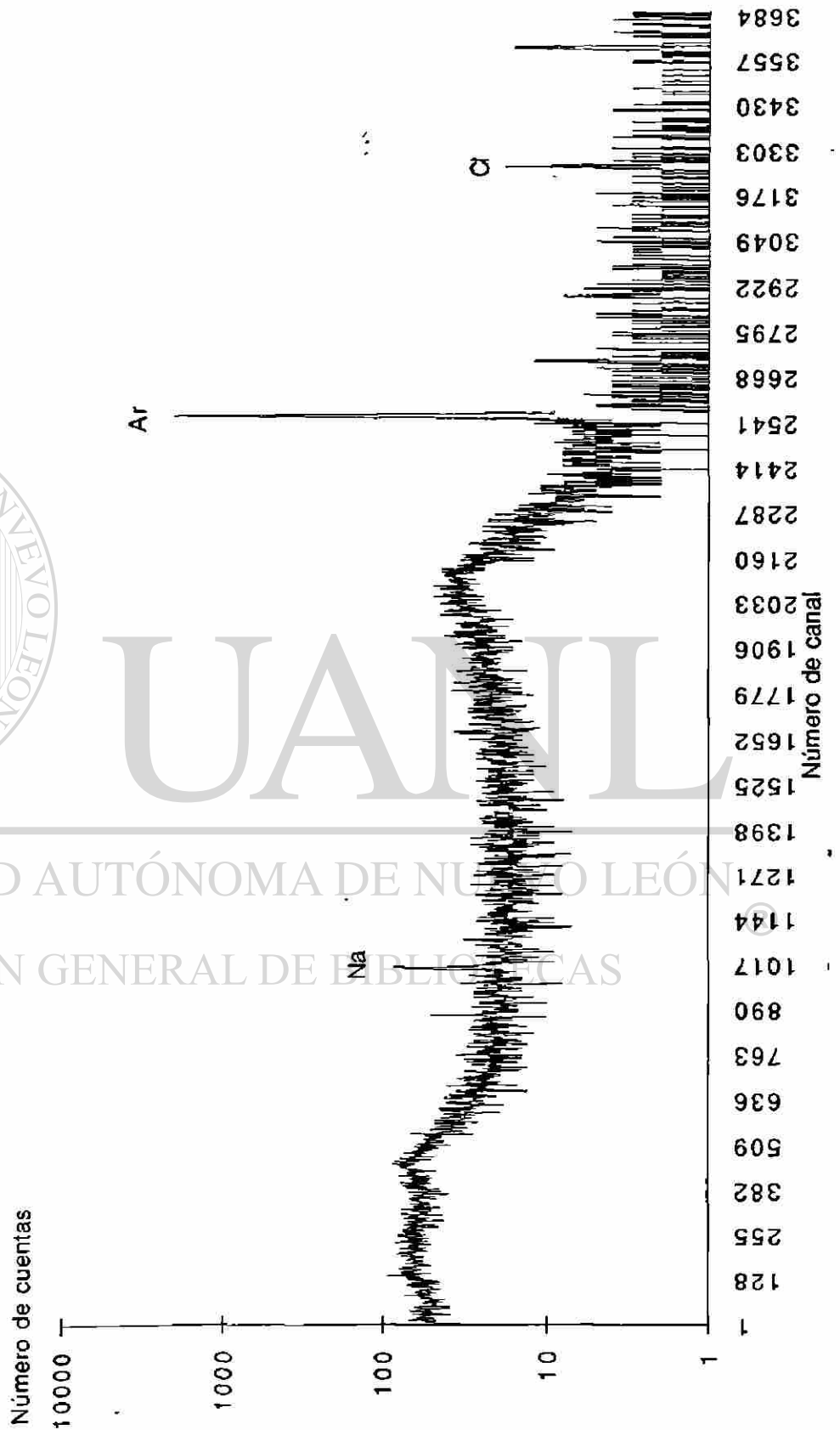
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS





Espectro del bote vacío



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN  
DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

## BIBLIOGRAFIA

- 1.- Philip R. Bevington  
(Associate Professor of Physics)  
Case Western Reserve University  
Data reduction and error analysis for the physical sciences  
Mac Graw Hill.
- 2.- William David Cooper  
Instrumentación electrónica y mediciones  
Prentice Hall  
1987.
- 3.- F. Adams R. Dams  
Compilation of gamma-transitions energies  
J. Radioanalysis Chemistry  
1969.
- 4.- Nuclear Data Standards for Nuclear Measurements  
1982.
- 5.- Konrad Kleinknecht  
Detectors for particle radiation  
Cambridge University Press.  
Cambridge  
1986.
- 6.- Kruger Paul  
Principles of activation analysis  
Wiley Interscience  
1970.
- 7.- Virgilio Acosta, Clyde L. Cowan, B. J. Graham  
Curso de física moderna  
Harla  
1975.



# UANL

---

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

®

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS

**ENCUADERNACIONES MODERNAS**

DIEGO DE MONTEMAYOR 638 NTE.

CRUZ CON TREVIÑO

TEL. 374-02-59

CENTRO DE COPIADO



UANL

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

DIRECCIÓN GENERAL DE BIBLIOTECAS