

**PREPARACION DE SALES MANGANOSAS
DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS
MARCADOS CON ^{54}Mn
Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$
EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO**

por:

**L. Rodríguez
J.M. Los Arcos
A. Grau**

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

MADRID, 1992

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES

440104

SCINTILLATION COUNTING

LIQUID SCINTILLATION DETECTORS

SCINTILLATION QUENCHING

SPECTRA

STABILITY

LABELLED COMPOUNDS

LAUBOXYLIC ACID SALTS

MANGANESE CHLORIDES

MANGANESE COMPOUNDS

MANGANESE 54

SAMPLE PREPARATION

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Información y Documentación, 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 DOE para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. La catalogación se ha hecho utilizando el documento DOE/TIC-4602 (Rev. 1) Descriptive Cataloguing On-Line, y la clasificación de acuerdo con el documento DOE/TIC.4584-R7 Subject Categories and Scope publicados por el Office of Scientific and Technical Information del Departamento de Energía de los Estados Unidos.

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

Este trabajo se ha recibido para su impresión en julio 1991

Depósito Legal M-12742-1992
NIP0 238-92-021-6

ISBN 84-7834-145-5
ISSN 614-087-X

IMPRIME CIEMAT

ÍNDICE

	<u>Pág.</u>
1. INTRODUCCIÓN	3
2. APARATOS Y REACTIVOS	4
3. PREPARACIÓN DE MUESTRAS INORGÁNICAS Y ORGÁNICAS . . .	5
3.1 Muestras inorgánicas	5
3.2 Muestras orgánicas	6
4. CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS	7
4.1 Efecto de extinción química	7
4.2 Estabilidad de las muestras	8
4.3 Evolución espectral	9
5. CONCLUSIONES	10
6. REFERENCIAS	12
TABLAS	15
FIGURAS	21

PREPARACION DE SALES MANGANOSAS DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS MARCADOS CON ^{54}Mn Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$ EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO

1. Introducción

Existen varios métodos en uso para la calibración de radionucleidos, como son los de coincidencias, pico suma, ángulo sólido definido y de geometría 4π , cada uno con su especificidad y limitaciones propias según el tipo de radionucleido estudiado. En particular, la técnica de recuento por centelleo en fase líquida se emplea de forma creciente como método de calibración de radionucleidos, ya que tiene la ventaja de ser un método 4π que evita la autoabsorción de la muestra y que es de validez general para emisores alfa, beta o gamma.

En el caso del ^{54}Mn , su calibración directa se realiza comúnmente mediante coincidencias 4π (LS) (X,e)- γ o 4π (PC) (X,e)- γ , que requieren una delicada extrapolación a valor unidad de la relación de tasa de coincidencias y gamma (1,2). Indirectamente, se calibra mediante detección del fotón de 834,8 keV (99,98% de intensidad absoluta) por espectrometría gamma con detectores de semiconductor, cuya eficiencia no suele superar el 1%. Por otra parte, el método CIEMAT/NIST (3) de calibración por centelleo líquido a partir de una figura de mérito, puede aplicarse a cualquier nucleido, con emisión gamma o no, con las ventajas de efectos de autoabsorción despreciables y, en este caso particular, con eficiencia del orden del 50%.

Los únicos inconvenientes que presenta la técnica de medida por centelleo líquido se derivan de la posible aparición de adsorciones o microprecipitaciones y de la extinción química o por color en las etapas de preparación y medidas de las muestras. La extinción se puede corregir por procedimientos bien probados y repercute directamente en la eficiencia de recuento. El principal problema radica en la solubilidad de los compuestos marcados comerciales, fundamentalmente sales inorgánicas, al incorporarlas a los centelleadores de tipo toluénico, o en general, de composición orgánica.

El empleo de los compuestos orgánicos marcados en medidas por centelleo líquido ha permitido, en el caso de varios radionucleidos (4-8), su incorporación directa al centelleador evitando los problemas mencionados y ha conducido a calibraciones satisfactorias.

El objetivo del presente trabajo es preparar compuestos orgánicos marcados con ^{54}Mn , que puedan incorporarse directamente a las soluciones centelleadoras utilizadas en la técnica de recuento por centelleo en fase líquida, reuniendo las condiciones de no producir adsorción o microprecipitación, ausencia de color para que la extinción sea despreciable, estabilidad de la muestra de centelleo y excelente reproductibilidad de las medidas.

Por estas razones se ha realizado un estudio de los compuestos que pueden servir de base para el marcado, se han seleccionado las sales manganosas de los ácidos dimetilbutírico, decanoico y palmítico y se ha ensayado su comportamiento en medidas por centelleo líquido analizando, en seis centelleadores diferentes (Tolueno, Hisafe II, PCS, Instagel, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol) los siguientes aspectos:

- a) Influencia de la concentración sobre el grado de extinción de la muestra.
- b) Estabilidad radioquímica mediante recuento total
- c) Estudio de evolución temporal de espectros de altura de impulsos.

Los resultados se han comparado con los de una disolución acuosa de $^{54}\text{MnCl}_2$ preparada comercialmente, en los mismos centelleadores, exceptuando el tolueno por su no adecuación para disoluciones de ese tipo.

2. Aparatos y reactivos

En el proceso de preparación de los compuestos manganosos se ha utilizado un rotavapor BÜCHI y en la medida de las muestras se ha empleado un espectrómetro de centelleo en fase líquida LKB 1219 Rackbeta, dotado de una fuente de ^{226}Ra para la calibración externa.

Los centelleadores comerciales empleados han sido HISAFE II, Instagel y PCS. También se han utilizado centelleadores preparados en nuestro Laboratorio, de tipo toluénico, Dioxano-Naftaleno y Tolueno-Alcohol, cuya composición es la siguiente:

Tolueno		Dioxano-Naftaleno		Tolueno-Alcohol	
Tolueno	1 l	Dioxano	880 ml	Tolueno	600 ml
PPO	5 g	Naftaleno	60 g	PPO	2,4 g
Dimetil-		Metanol	100 ml	Dimetil POPOP	0,09 g
POPOP	0,4 g	Etilenglicol	20 ml	Etanol absoluto	378 ml
		PPO	4 g		
		DimetilPOPOP	0,4 g		

En las medidas de estabilidad y calibración de las muestras se han utilizado viales de vidrio de bajo contenido en potasio. Los volúmenes utilizados de las soluciones centelleadoras han sido en todos los casos de 15 ml y su incorporación a los viales se ha efectuado mediante dispensadores Brand, previamente contrastados de incertidumbre inferior a 1%.

Las determinaciones gravimétricas se realizaron mediante una balanza analítica electrónica Sartorius 1712MP8, de 0,01 mg de sensibilidad.

Los reactivos empleados (PA) fueron $MnCl_2 \cdot 4H_2O$, etanol absoluto, tolueno, los ácidos dimetilbutírico, decanoico y palmítico y una disolución radiactiva de $^{54}MnCl_2$ en HCl 0,1 M.

3. Preparación de muestras inorgánicas y orgánicas

3.1 Muestras inorgánicas

Las muestras inorgánicas se prepararon a partir de una disolución de $^{54}MnCl_2$ en HCl 0,1 M. Todos los viales se trataron previamente, saturándolos con una disolución 0,1 M de $MnCl_2$ en HCl 0,1 M, durante 24 horas. A continuación se vaciaron y se agregaron los 15 ml de 5 centelleadores diferentes: HISAFE II, PCS, Instagel, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol.

Para cada centelleador se prepararon dos tipos de muestras, incorporando bien directamente la disolución radiactiva o añadiendo previamente 28 μg de portador, sin que esta adición permitiese apreciar ninguna diferencia de comportamiento.

3.2 Muestras orgánicas

Existen numerosos estudios orientados a extracciones, coextracciones, formación de complejos, solvatación de dichos complejos o distribución en las capas acuosa y orgánica de los metales, habiéndose empleado trazadores radiactivos como ^{65}Zn (9, 10) y ^{60}Co (9) o isótopos naturales del Zn y Cd (11).

La utilidad de ácidos carboxílicos como extrayentes de metales de disoluciones acuosas, utilizando un disolvente que no interacciona con el grupo carboxílico, en la mayoría de los casos un hidrocarburo de cadena larga, está también ampliamente estudiada y demostrada (12-14).

En la extracción del Zn de disoluciones acuosas por ácidos carboxílicos de 7-10 átomos de carbono en fase orgánica se encontraron los mejores resultados con los ácidos de peso molecular más elevado y utilizando como disolventes benceno o cloroformo (15).

La formación de una sal de cobre con un ácido alifático puede realizarse en el seno de numerosos disolventes orgánicos. El compuesto divalente de cobre sería un hidróxido o carbonato y la formación de la sal requiere una concentración molar de ácido dos veces superior a la del cobre. Entre los cationes que producían interferencias en las sales cúpricas están el Mn, Fe, Co (16).

Teniendo en cuenta este comportamiento de los ácidos carboxílicos, unido a su poca o nula solubilidad en agua y gran solubilidad en disolventes orgánicos, se han seleccionado como compuestos orgánicos las sales manganosas de ácidos monocarboxílicos de 6 (dimetilbutírico), 10 (decanoico) y 16 (palmítico) átomos de carbono, marcadas con ^{54}Mn .

Como paso previo a la síntesis de los tres compuestos, se procedió a la adición de portador y eliminación de agua de una disolución radiactiva de $^{54}\text{MnCl}$ mediante una mezcla azeotrópica con etanol absoluto. Para ello, se disolvieron en un matraz evaporador 0,1 mmol de $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ en 5 ml de etanol absoluto al que se añadieron 10 μCi de $^{54}\text{MnCl}_2$. La disolución etanólica acuosa se destiló a vacío, manteniendo la temperatura por debajo de 40 °C y agregando varias veces 4 ml de etanol absoluto con objeto de desplazar el agua.

Para la preparación de las sales manganosas se utilizó un método similar al descrito anteriormente, agregando sobre la disolución etanólica anterior 0,2 mmol

les del ácido monocarboxílico previamente disuelto en tolueno. La disolución resultante se destiló a vacío y el residuo se pasó a un matraz de 10 ml y se enrasó con tolueno.

Las muestras orgánicas se prepararon a partir de estas disoluciones manganosas, agregándolas directamente a 15 ml de seis centelleadores diferentes: Tolueno, HISAFE II, PCS, Instagel, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol, sin tratamiento previo de los viales ni adición de portador.

4. Caracterización de las muestras

Para que una muestra sea aceptable para calibración mediante centelleo líquido es necesario comprobar su estabilidad y los efectos de extinción, especialmente química, que se producen cuando se incorpora a diferentes centelleadores. A continuación se presentan los resultados obtenidos tanto de las muestras inorgánicas como orgánicas preparadas conforme a lo descrito anteriormente.

4.1 Efecto de extinción química

El efecto de la extinción química se ha simulado mediante muestras preparadas con compuestos inactivos de las respectivas sales manganosas y estudiado cuantitativamente en términos de la variación del parámetro de extinción del equipo en función de la concentración de ión manganeso en los 15 ml de solución centelleadora.

En la figura 1 se presentan los resultados para las muestras inorgánicas en los centelleadores HiSafe II, PCS, Instagel y Tolueno-alcohol. La fuerte coloración verde en el Dioxano-naftaleno hizo desechar el estudio en este centelleador.

La variación del parámetro de extinción es inferior al 2,5% para el HiSafe II, PCS e Instagel y 3,3% para el Tolueno-alcohol, en el intervalo de 0 - 280 μg de ión Mn^{++} en 15 ml de centelleador, por lo que el efecto es poco relevante en las condiciones de trabajo habitual.

En las figuras 2-4 se presentan los resultados para las muestras orgánicas de dimetilbutirato, decanoato y palmitato manganeso, respectivamente. En este caso la variación del parámetro de extinción no es apreciable en ninguno de los centelleadores en el mismo rango de concentraciones, por lo que se puede despreciar por completo el efecto extintor de las tres sales manganosas.

4.2 Estabilidad de las muestras

La estabilidad de las muestras se ha verificado midiéndolas periódicamente a lo largo de varias semanas, mantenidas siempre a temperatura constante de 15 °C dentro del espectrómetro.

Para estimar cuantitativamente su grado de estabilidad se ha registrado la evolución temporal del cociente $N(t)/\langle N(t) \rangle$, donde $N(t)$ es la tasa de recuento total corregida por decaimiento radiactivo y $\langle N(t) \rangle$ es el valor medio en el período considerado. En el caso de ser muestras inestables, se ha registrado el decrecimiento del cociente $N(t)/N(0)$.

La estabilidad temporal de las muestras inorgánicas ha sido estudiada a lo largo de 20 días. La tabla 1 y la figura 5 muestran la evolución temporal de las tasas de recuento corregidas por decaimiento y normalizadas para HiSafe II, PCS, Instagel y Tolueno-alcohol. No se realizó el seguimiento en Dioxano-naftaleno debido a su fuerte extinción por color.

Las muestras en HiSafe II son inestables, estabilizándose la pérdida de recuento en 2,5% al tercer día. Para Instagel y Tolueno-alcohol las tasas normalizadas únicamente presentan fluctuaciones estadísticas, sin tendencia sistemática a lo largo de 20 días, con desviaciones estándar de 0,2 % y 0,4 %, respectivamente, de acuerdo con las condiciones de recuento y estabilidad del equipo de medida. Para el PCS la estabilidad es aceptable durante 15 días, con fluctuaciones inferiores a 0,2%.

La estabilidad temporal de las muestras orgánicas se ha estudiado a lo largo de 30 días para el dimetilbutirato manganeso y de 20 días para el decanoato y palmitato manganosos.

En la tabla 2 se presenta la evolución temporal de las tasas de recuento, corregidas por período y normalizadas, de las muestras de dimetilbutirato manganeso (^{54}Mn) en centelleadores de Tolueno, HiSafe II, Instagel, PCS, Dioxano-naftaleno

y Tolueno-alcohol. El comportamiento resultó claramente inestable para Tolueno e Instagel, con pérdidas de recuento en 5 días superiores al 20% y 10%, respectivamente, por lo que su seguimiento se interrumpió tras varios días de medidas.

La Figura 6 presenta gráficamente los resultados de la tabla 2, observándose que la estabilidad es excelente en HiSafe II, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol ya que las tasas normalizadas presentan únicamente fluctuaciones estadísticas, con desviaciones estándar inferiores a 0,3 % consistentes con las condiciones de recuento y estabilidad del equipo en el período de medidas de 30 días.

En la tabla 3 y figura 7 aparecen los resultados para el decanoato manganoso (^{54}Mn) y en la tabla 4 y figura 8 para el palmitato manganoso (^{54}Mn) con un comportamiento semejante al dimetilbutirato en los mismos centelleadores. Las desviaciones estándar oscilan entre 0,1 % para el decanoato y 0,2 % y 0,3 % para el palmitato, lo que indica una excelente estabilidad de estas muestras a lo largo de 20 días.

4.3 Evolución espectral

Para analizar con más detalle la estabilidad de las muestras, se ha estudiado también la evolución temporal de los espectros logarítmicos a lo largo del período de medidas.

En la figura 9 aparecen los espectros de $^{54}\text{MnCl}_2$ en HiSafe II, Instagel y Tolueno-alcohol, superpuestos a diferentes intervalos de tiempo. Aunque la estabilidad de recuentos en Instagel y Tolueno-alcohol, comentada en el apartado 4.2, era aceptable, sin embargo a la vista de sus espectros a 0 y 20 días, normalizados a igual actividad, es detectable una ligera degradación bajo las fluctuaciones del pico de baja energía, que se hace más evidente y se amplifica al proceder a suavizar el espectro mediante promedios de 7 canales, como aparece en la figura 10. Este efecto es más intenso en HiSafe II, para el que los espectros difieren sólo en tres días y confirma la clara inestabilidad de sus recuentos totales.

En cambio, en el caso de las muestras orgánicas no es apreciable ninguna diferencia, tal como se refleja claramente en los espectros de las figuras 11-13, lo que indica una estabilidad netamente superior frente a las muestras inorgánicas. Por otra parte es evidente la degradación de las muestras orgánicas en Tolueno

e Instagel, que se manifiesta en un corrimiento hacia energías más bajas, como se aprecia en la figura 14 para el dimetilbutirato, con comportamiento similar para el decanoato y palmitato.

5. Conclusiones

Se ha desarrollado y caracterizado un nuevo tipo de muestras orgánicas de ^{54}Mn para su medida por centelleo líquido, como alternativa a las muestras convencionales de $^{54}\text{MnCl}_2$ disponibles comercialmente.

Como compuestos orgánicos se seleccionaron tres ácidos monocarboxílicos con 6, 10 y 16 átomos de carbono, por su posible distinto comportamiento en su incorporación a líquidos centelleadores.

Cada compuesto se ha estudiado en seis centelleadores diferentes: Tolueno, HiSafe II, PCS, Instagel, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol. A efectos de comparación muestras inorgánicas de $^{54}\text{MnCl}_2$ se han medido en los mismos centelleadores, exceptuando Tolueno.

Las tres sales manganosas presentan extinción despreciable en todos los centelleadores y en un amplio intervalo de concentración entre 0 - 20 $\mu\text{g/ml}$ de ión ^{54}Mn . Para las muestras inorgánicas, la extinción es comparable a baja concentración pero aumenta con ella hasta 2,5 % en HiSafe II, PCS e Instagel y un 3,3 % en Tolueno-alcohol. Las muestras en Dioxano-naftaleno presentan una coloración verde que desaconseja su utilización en este tipo de medidas.

La estabilidad de las tres sales es excelente en HiSafe II, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol, con fluctuaciones estadísticas que oscilan entre 0,1 - 0,2 % a lo largo de varias semanas. Sin embargo, estas muestras son inestables en Tolueno e Instagel, posiblemente por condiciones de pH, con pérdidas de recuento superiores al 10% en 5 días. Las muestras inorgánicas son estables en Instagel, PCS y Tolueno-alcohol, presentando fluctuaciones de 0,3 % a lo largo de 20 días e inestables en HiSafe II, con pérdidas de recuento de 2,5% en tres días.

Además, el estudio espectral a lo largo de varias semanas confirma la excelente estabilidad de las muestras orgánicas y revela una ligera degradación de las muestras inorgánicas, aparentemente estables en cuanto a recuento, que se aprecia claramente al suavizar los espectros mediante promedios sucesivos de siete canales.

6. Referencias

1. Steyn J.; Standardization of radionuclides. Vienna, 1966 (IAEA, Vienna, 1967) p. 35.
2. Vaninbroukx R.; Nucl. Instr. Meth.; 112, 111 (1973).
3. Grau A. and García-Toraño E.; Int. J. Appl. Rad. Isot.; 33, 249 (1982).
4. Rodríguez Barquero L., Grau Malonda A., Los Arcos Merino J.M. y Suárez Contreras C.; Report CIEMAT nº 623 (1988).
5. Rodríguez Barquero L., Grau Malonda A., Los Arcos Merino J.M. y Suárez Contreras C.; Anales de Física, Serie B 85, 131 (1989).
6. Rodríguez Barquero L., Los Arcos Merino J.M. and Grau Malonda A.; International Conference on New Trends in Liquid Scintillation Counting and Organic Scintillators. October (1989) Gatlinburg, Tennessee, USA.
7. Rodríguez Barquero L., Los Arcos Merino J.M. y Grau Malonda A.; Report CIEMAT nº 644 (1990).
8. Rodríguez Barquero L., Los Arcos Merino J.M. y Grau Malonda A., Report CIEMAT nº 645 (1990).
9. Beneitez P., Ortiz S.L. y Ortega J.; Anales de Química 78, 262 (1982).
10. Nakasuka N., Mitsuka Y. and Tanaka M.; J. Inorg. Nucl. Chem. 36, 431 (1974).
11. Kojima I., Uchima M. and Tanaka M.; J. Inorg. Nucl. Chem. 32, 1333 (1970).
12. Tanaka M., Nakasuka N. and Yamada H.; J. Inorg. Nucl. Chem. 32, 2759 (1970).
13. Ashbrook A.W.; J. Inorg. Nucl. Chem. 34 3523 (1972).
14. Schwitzer C.K. and Clifford F.C.; Analyt. Chem. Acta 45, 57 (1969).
15. West P.W., Lyons T.G. and Carlton K.J.; Analyt. Chem. Acta 6, 400 (1952).

TABLAS

TABLA 1

Estabilidad del $^{54}\text{MnCl}_2$.

(a): Valores de $N(t)/N(0)$. (b): Valores de $N(t)/\langle N(t) \rangle$

Tiempo	(a) HISafe II	(b) PCS	(b) Instagel	(b) Tol-alc
0	1,0000	0,9986	1,0002	0,9945
1	0,9896	1,0017	0,9996	1,0062
3	0,9753	1,0012	0,9973	0,0072
6	0,9751	1,0015	0,9973	0,9966
7	0,9750	0,9987	0,9981	0,9986
8	0,9752	1,0001	1,0023	1,0017
9	0,9741	0,9998	0,9991	1,0002
13		0,9967	1,0022	0,9982
15		0,9983	1,0026	1,0063
20			0,9997	0,9987
s		0,2%	0,2%	0,4%

TABLA 2

Estabilidad del $^{54}\text{Mn}(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_2)_2$

(a): Valores de $N(t)/N(0)$. (b): Valores de $N(t)/\langle N(t) \rangle$

Tiempo	(a) Tolueno	(b) HiSafe II	(b) PCS	(a) Instagel	(b) Diox-naf	(b) Tol-ac
0	1,000	1,0015	0,9964	1,0000	1,0013	1,0036
1	0,8790	1,0034	1,0048	0,9900	1,0021	0,9917
2	0,8020	1,0042	1,0040	0,9887	0,9968	1,0026
5	0,7970	1,0060	0,9986	0,9190	0,9991	1,0062
8		0,9989	1,0051	0,8740	0,9994	0,9975
9		1,0001	0,9997		1,0005	0,9952
10		1,0017	0,9976		1,0016	1,0007
15		0,9996	1,0065		1,0013	1,0019
17		1,0009	1,0031		0,9987	0,9990
21		0,9966	0,9940		0,9975	0,9970
23		1,0009			0,9995	0,9988
25		0,9980			1,0016	1,0042
26		0,9964			0,9978	1,0036
29		0,9989			1,0027	0,9954
30		0,9991			1,0007	1,0014
s		0,3%	0,2%		0,3%	0,4%

TABLA 3

Estabilidad del ^{54}Mn ($\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{O}_2$)₂

(a): Valores de $N(t)/N(0)$. (b): Valores de $N(t)/\langle N(t) \rangle$

Tiempo	(a) Tolueno	(b) HiSafe II	(b) PCS	(a) Instagel	(b) Diox-naf	(b) Tol-alc
0	1,0000	0,9982	0,9952	1,0000	1,0003	0,9988
1	0,8787	0,9995	1,0022	1,0002	0,9995	0,9987
3	0,7995	1,0009	1,0002	0,9472	0,9997	0,9967
4	0,7913	0,9993	0,9938	0,9329	0,9973	0,9999
5	0,7812	1,0006	0,9961	0,9164	1,0003	1,0007
7		1,0008	1,0018		1,0001	1,0006
10		0,9989	0,9973		1,00131	1,0002
11		1,0009	0,9946		1,0020	1,0021
12		1,0015	1,0033		1,0004	1,0007
13		0,9975	1,0030		1,0000	0,9991
17		0,9985	0,9998		0,9993	1,0010
18		0,9985	1,0038		1,0009	1,0011
20		1,0002	1,0030		0,9999	0,9997
s		0,1%	0,1%		0,1%	0,3%

TABLA 4

Estabilidad del ^{54}Mn ($\text{C}_{16}\text{H}_{31}\text{O}_2$)₂

(a): Valores de $N(t)/N(0)$. (b): Valores de $N(t)/\langle N(t) \rangle$

Tiempo	(a) Tolueno	(b) HiSafe II	(b) PCS	(a) Instagel	(b) Diox-naf	(b) Tol-alc
0	1,0000	0,9998	1,0046	1,0000	0,9982	1,0061
1	0,8649	1,0020	1,0047	0,9900	0,9962	1,0062
2	0,8040	0,9999	1,0059	0,9578	0,9988	1,0038
5	0,7950	1,0022	0,9976	0,9164	1,0004	0,9988
6		0,9942	0,9955	0,8956	0,9985	0,9976
7		1,0000	1,0003	0,8845	0,9999	0,9999
9		0,9980	0,9990	0,8542	1,0029	0,9986
12		0,9981	1,0038		0,9979	0,9979
13		1,0012	0,9941		0,9984	0,9976
14		0,9994	1,0042		0,9995	1,0025
15		0,9982	0,9996		1,0026	0,9948
19		1,0025	0,9972		1,0032	0,9973
20		1,0040	1,0014		1,0033	1,0020
s		0,2%	0,3%		0,3%	0,4%

FIGURAS

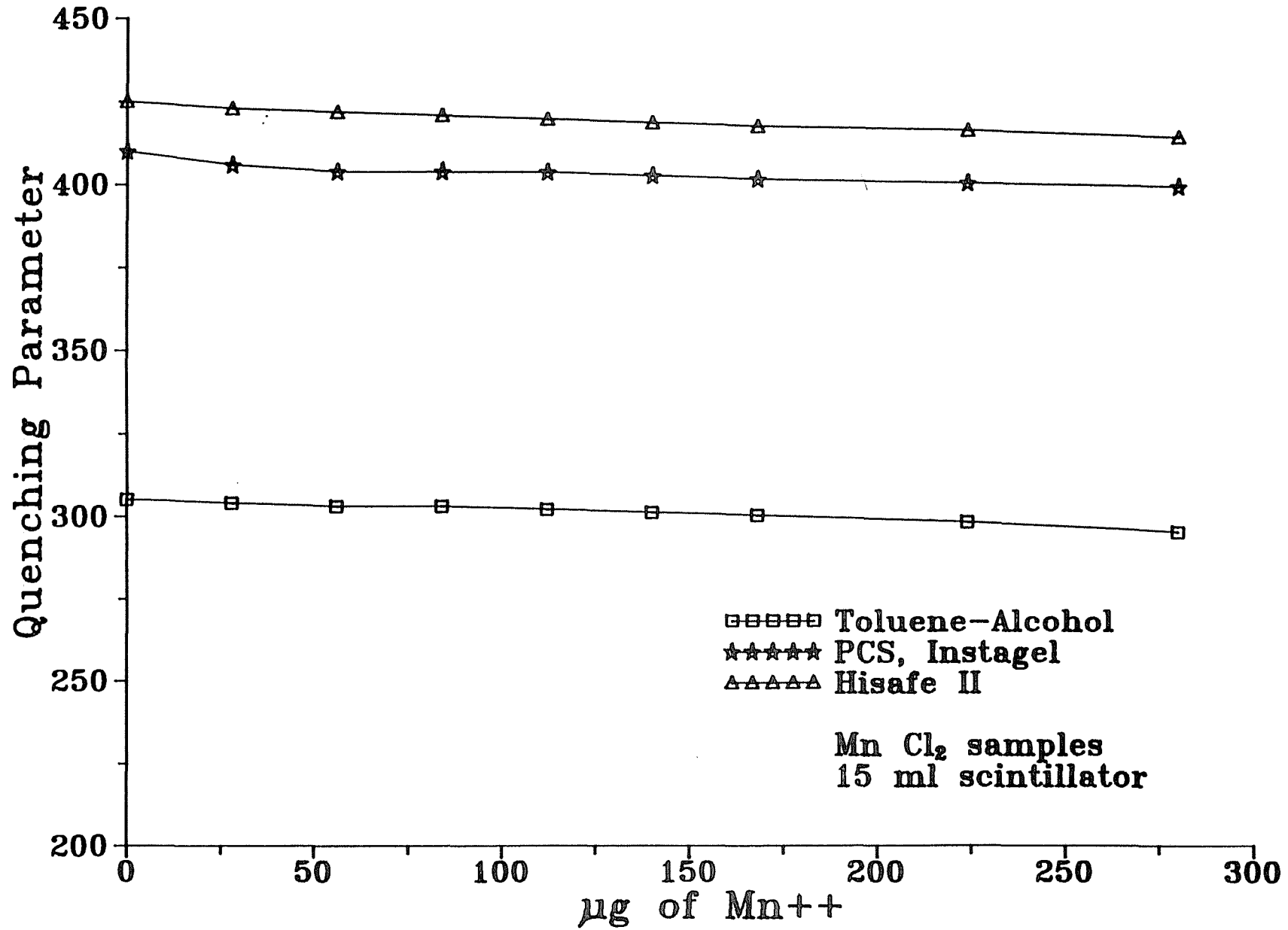


Figura 1. Efecto de la concentración de MnCl₂ sobre la extinción

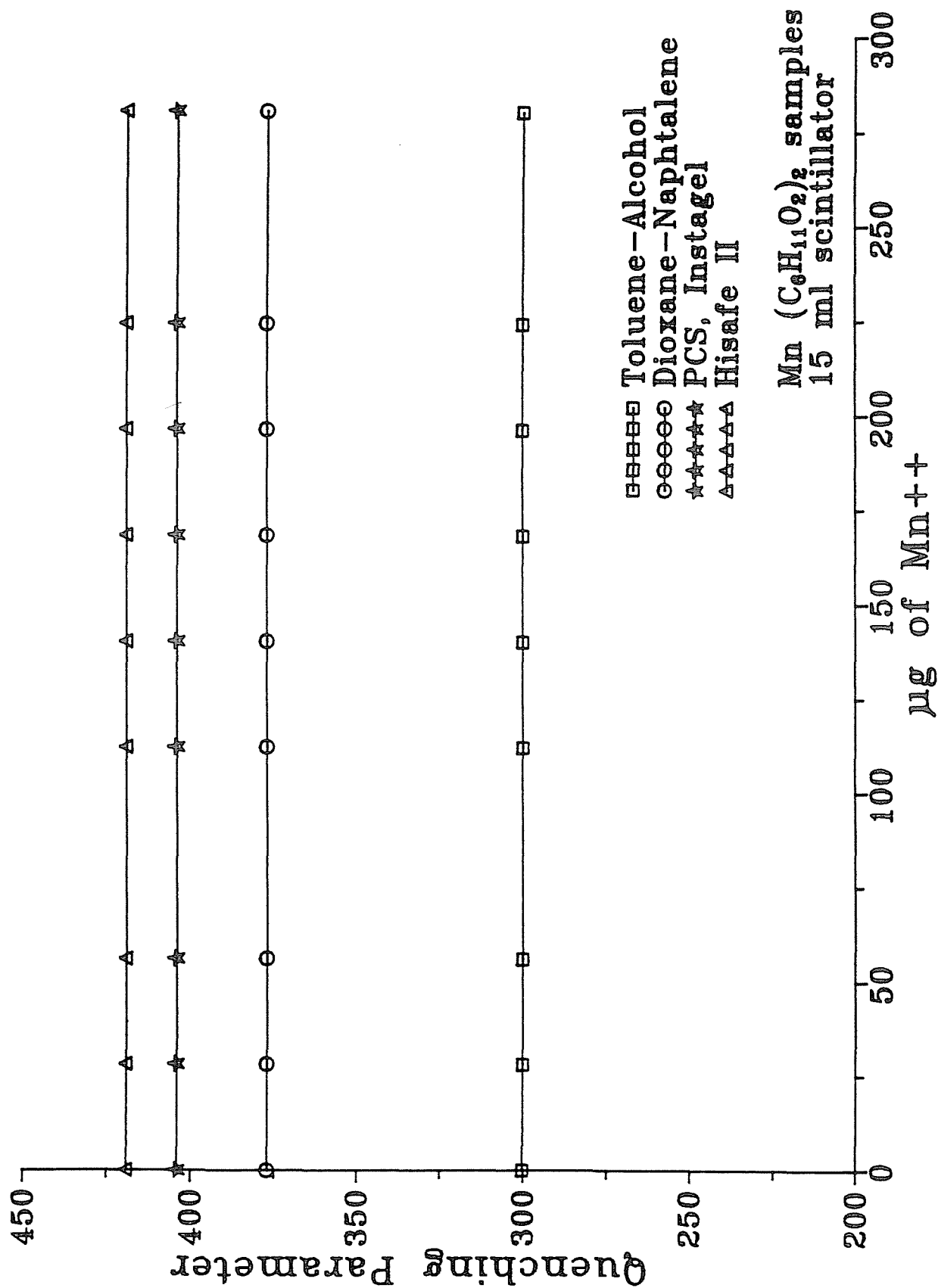


Figura 2. Efecto de la concentración de Mn(C₆H₁₁O₂)₂ sobre la extinción

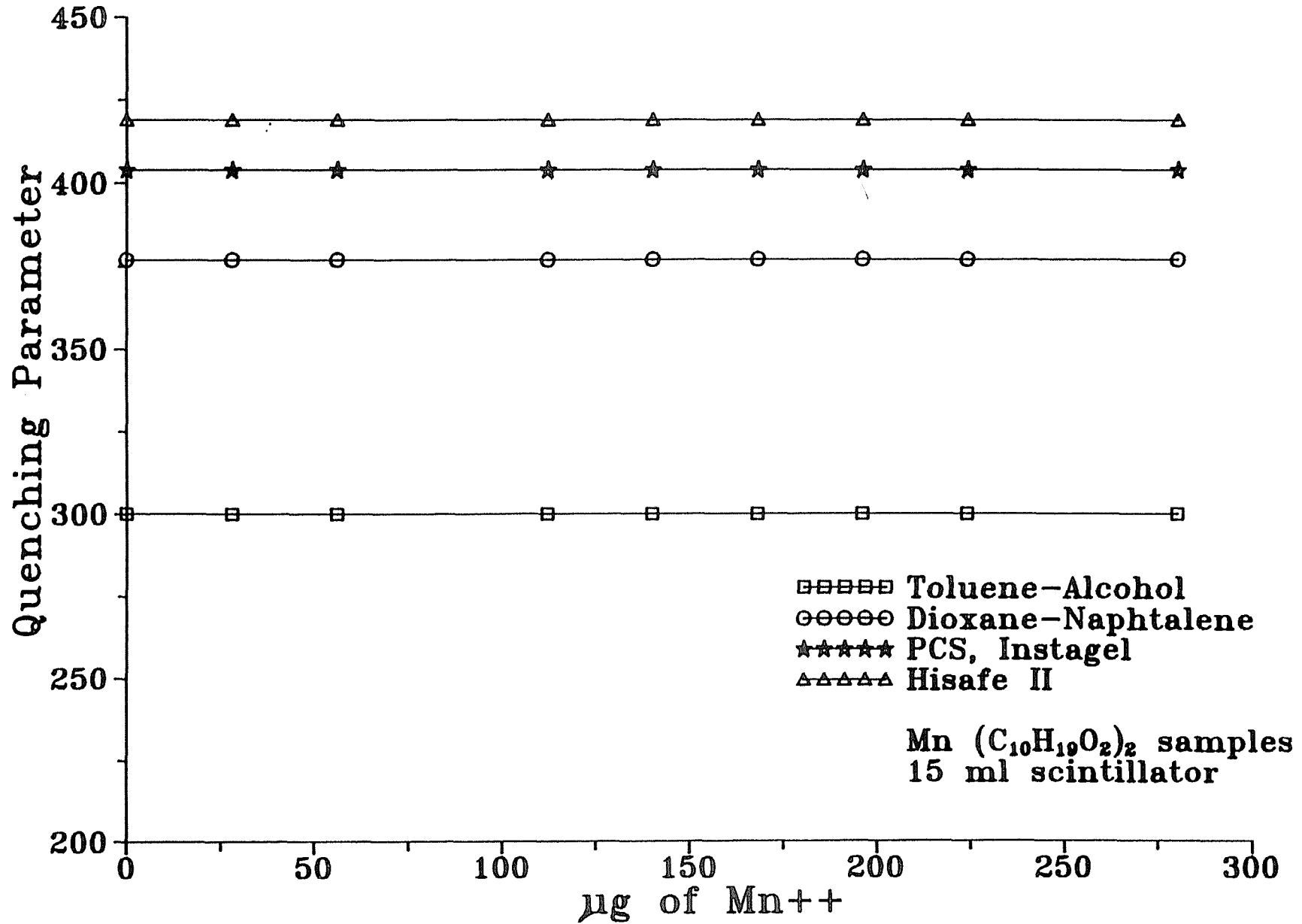


Figura 3. Efecto de la concentración de $Mn(C_{10}H_{19}O_2)_2$ sobre la extinción

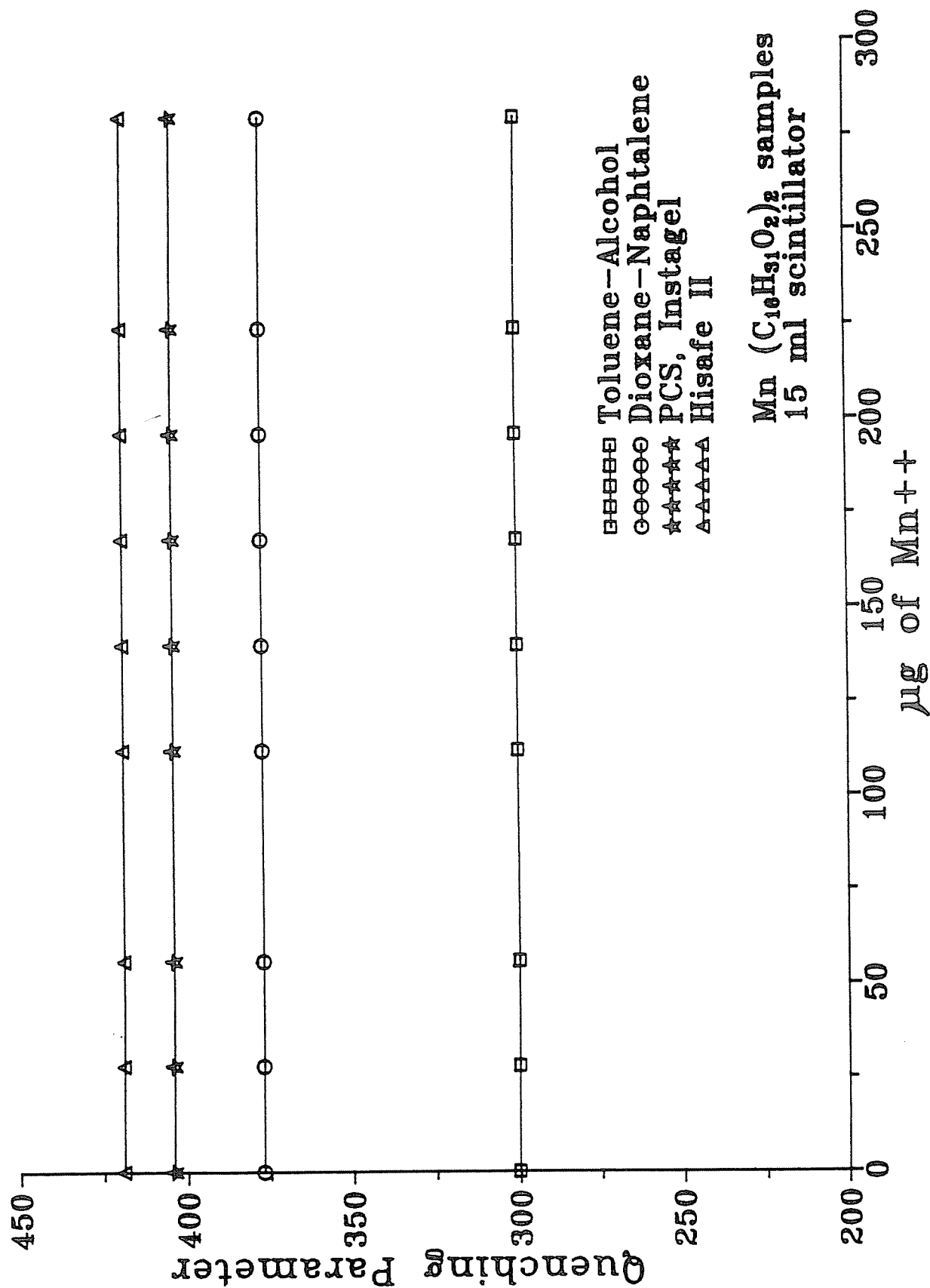


Figura 4. Efecto de la concentración de Mn(C₁₆O₃10₂)₂ sobre la extinción

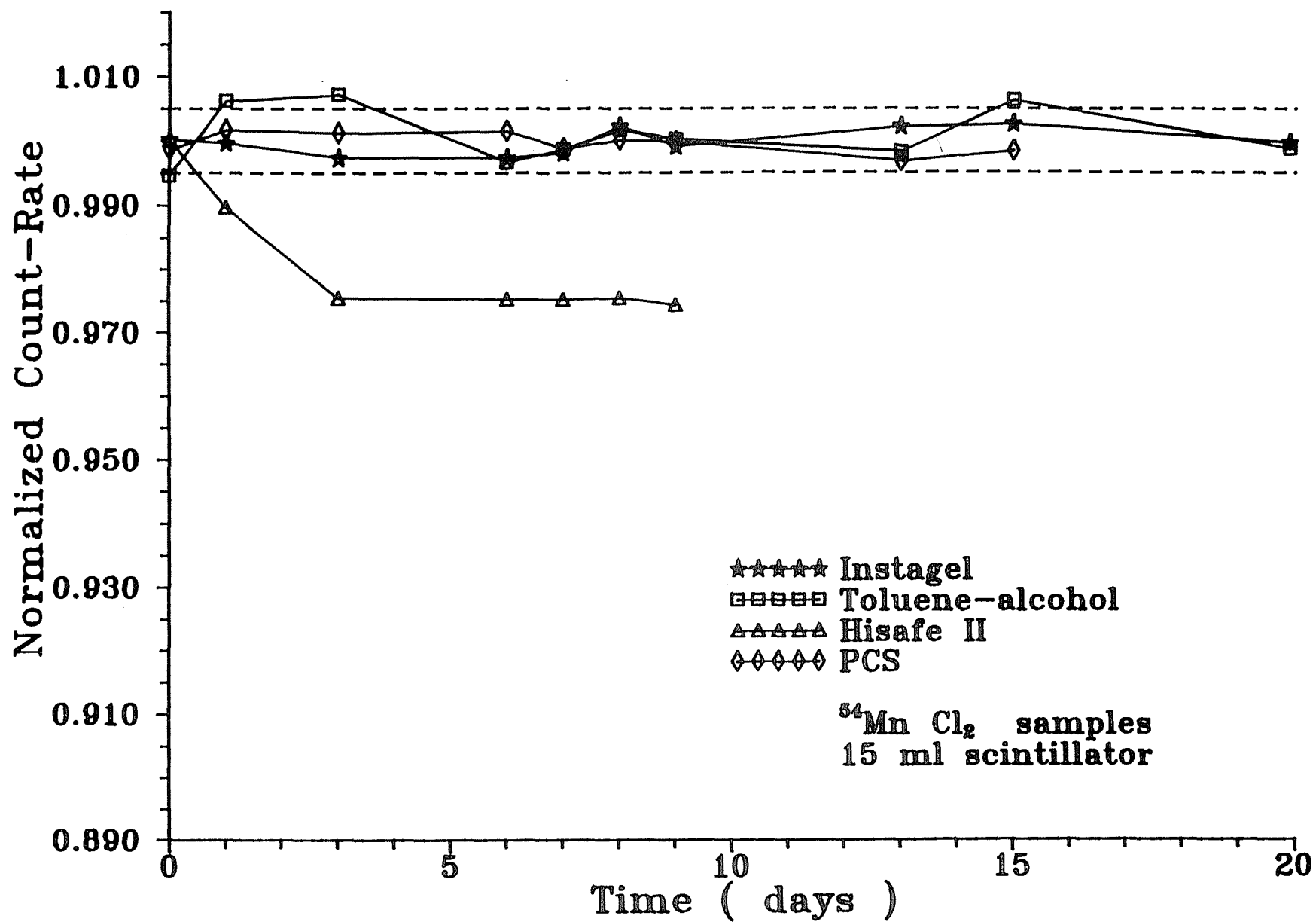


Figura 5. Estabilidad temporal de muestras de $^{54}\text{Mn Cl}_2$

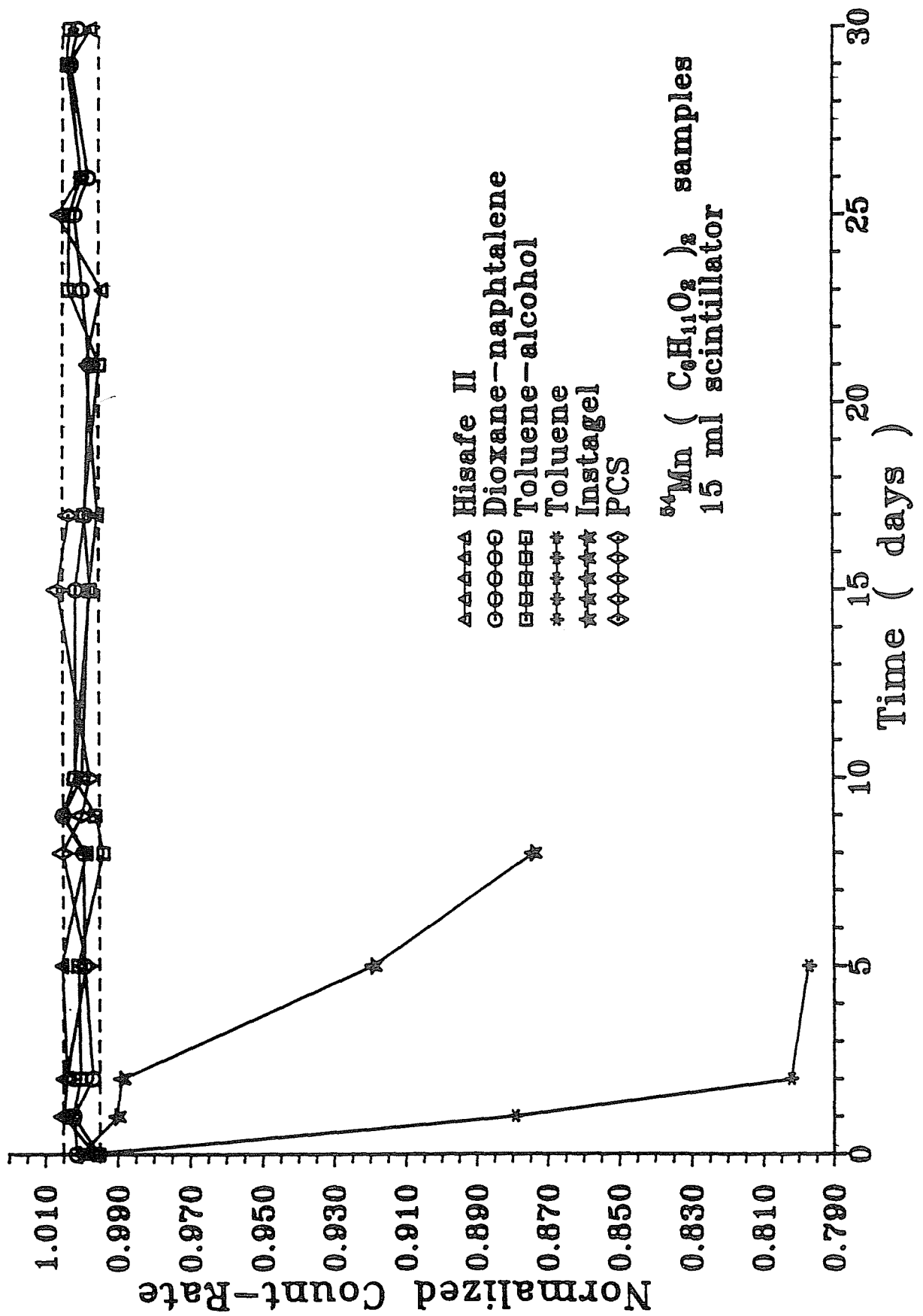


Figura 6. Estabilidad temporal de muestras de ^{54}Mn ($\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_2$)₂

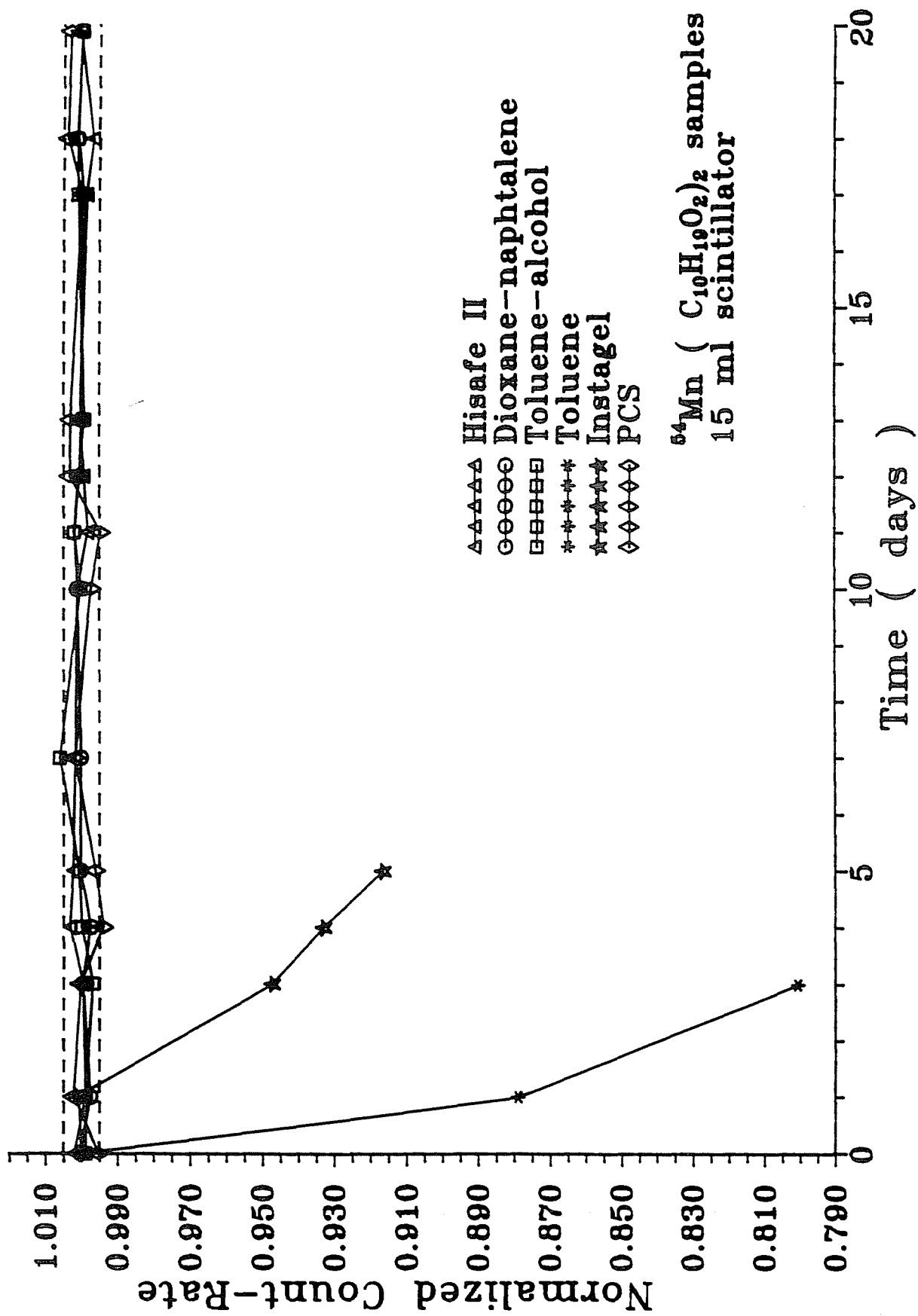


Figura 7. Estabilidad temporal de muestras de ^{54}Mn ($\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{O}_2$)₂

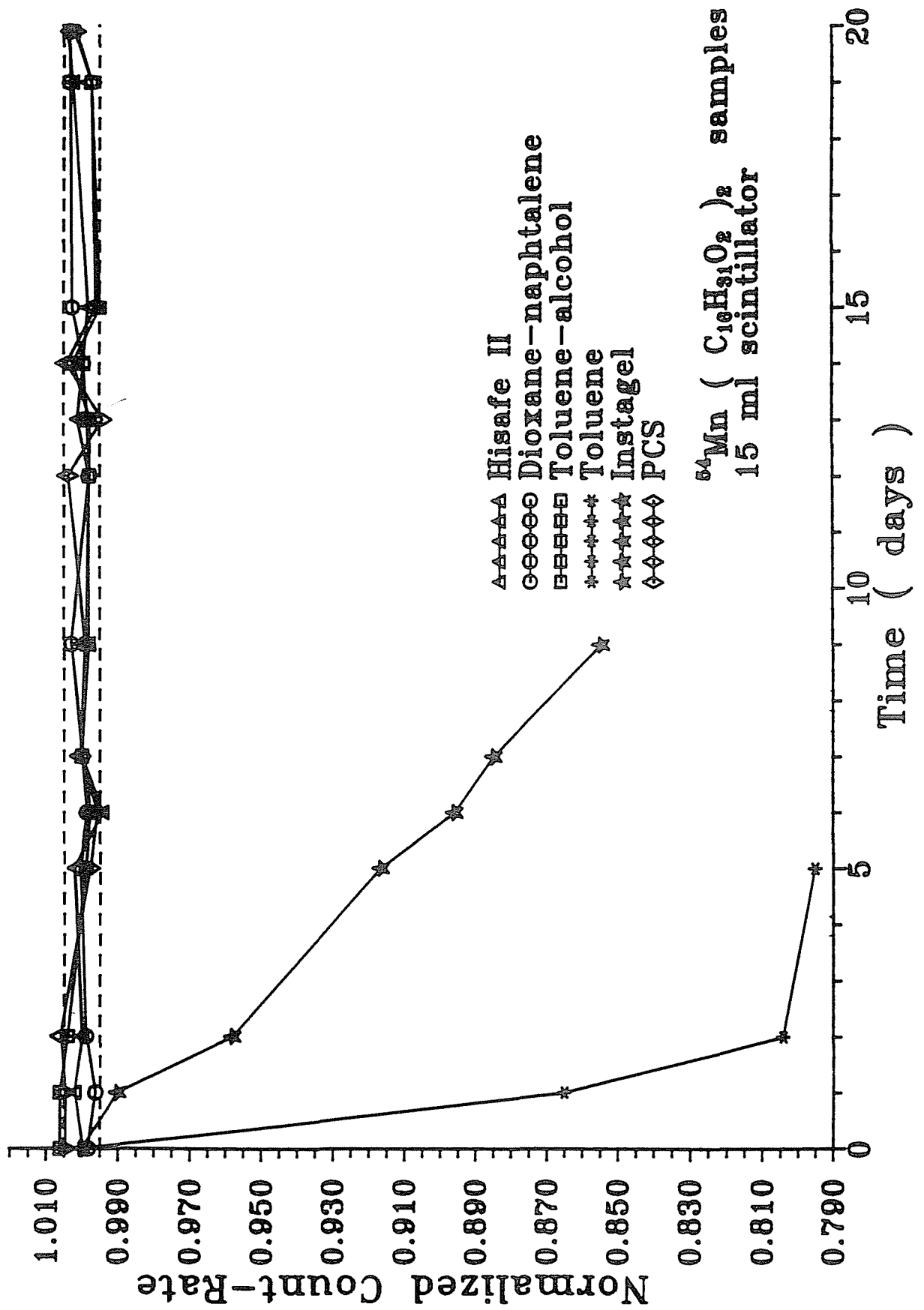


Figura 8. Estabilidad temporal de muestras de ^{54}Mn (C₁₆H₃₁O₂)₂

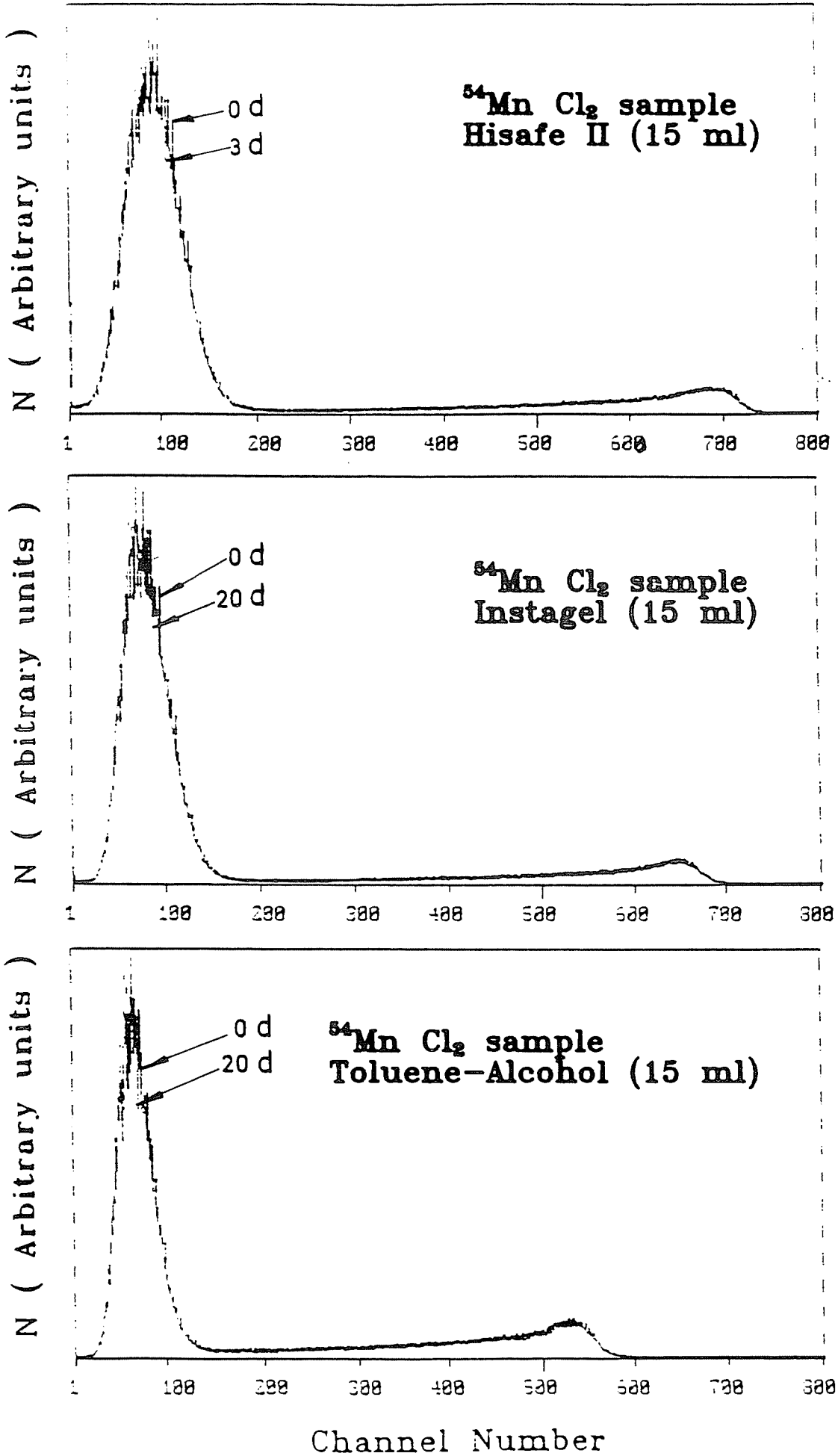


Figura 9. Evolución temporal de los espectros en muestras de $^{54}\text{Mn Cl}_2$

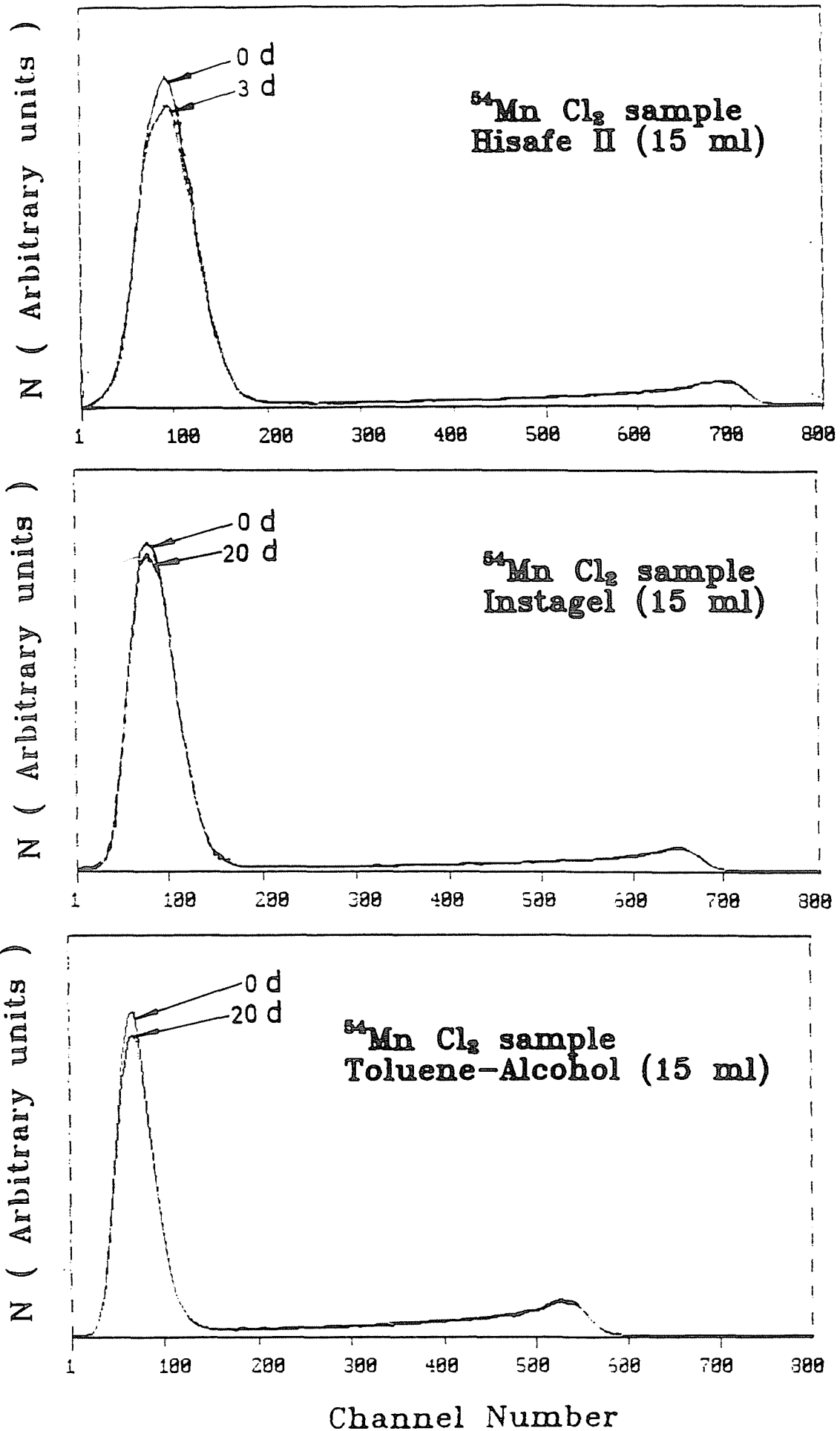


Figura 10. Evolución temporal de los espectros, suavizados mediante promedios de 7 canales, en muestras de $^{54}\text{Mn Cl}_2$

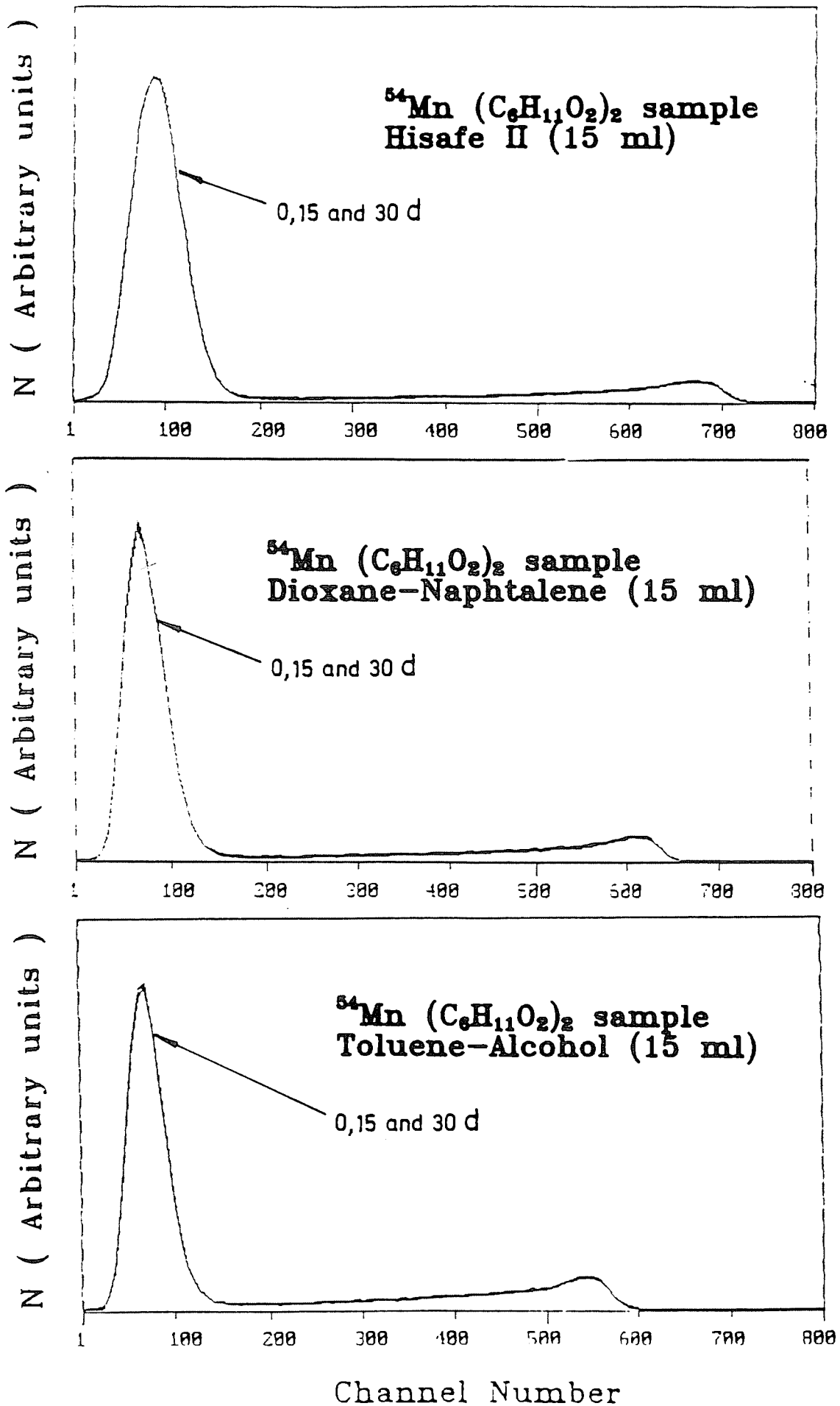


Figura 11. Evolución temporal de los espectros, suavizados mediante promedios de 7 canales, en muestras de $^{54}\text{Mn}(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_2)_2$

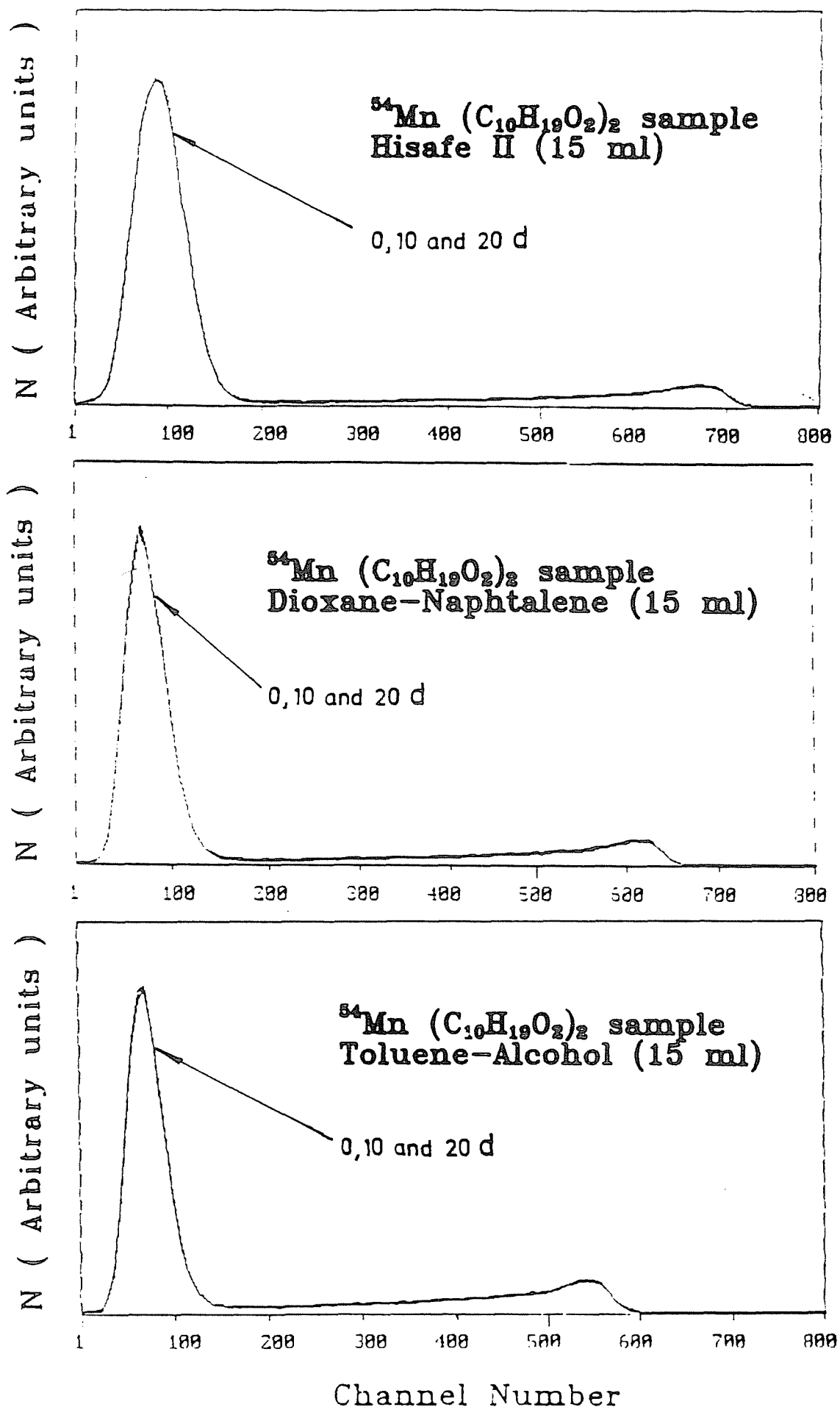


Figura 12. Evolución temporal de los espectros, suavizados mediante promedios de 7 canales, en muestras de $^{54}\text{Mn}(\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{O}_2)_2$

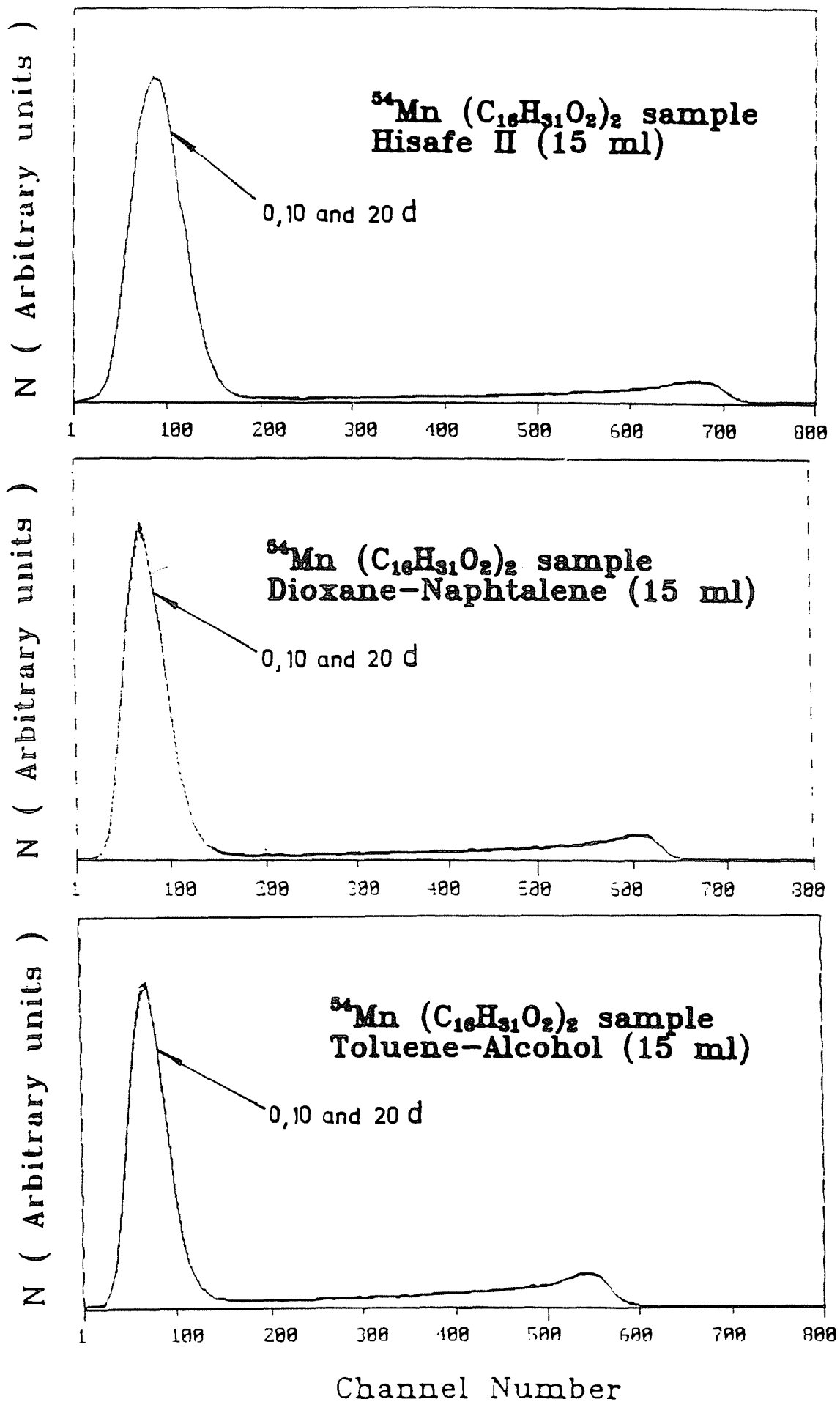


Figura 13. Evolución temporal de los espectros, suavizados mediante promedios de 7 canales, en muestras de $^{54}\text{Mn}(\text{C}_{16}\text{H}_{31}\text{O}_2)_2$

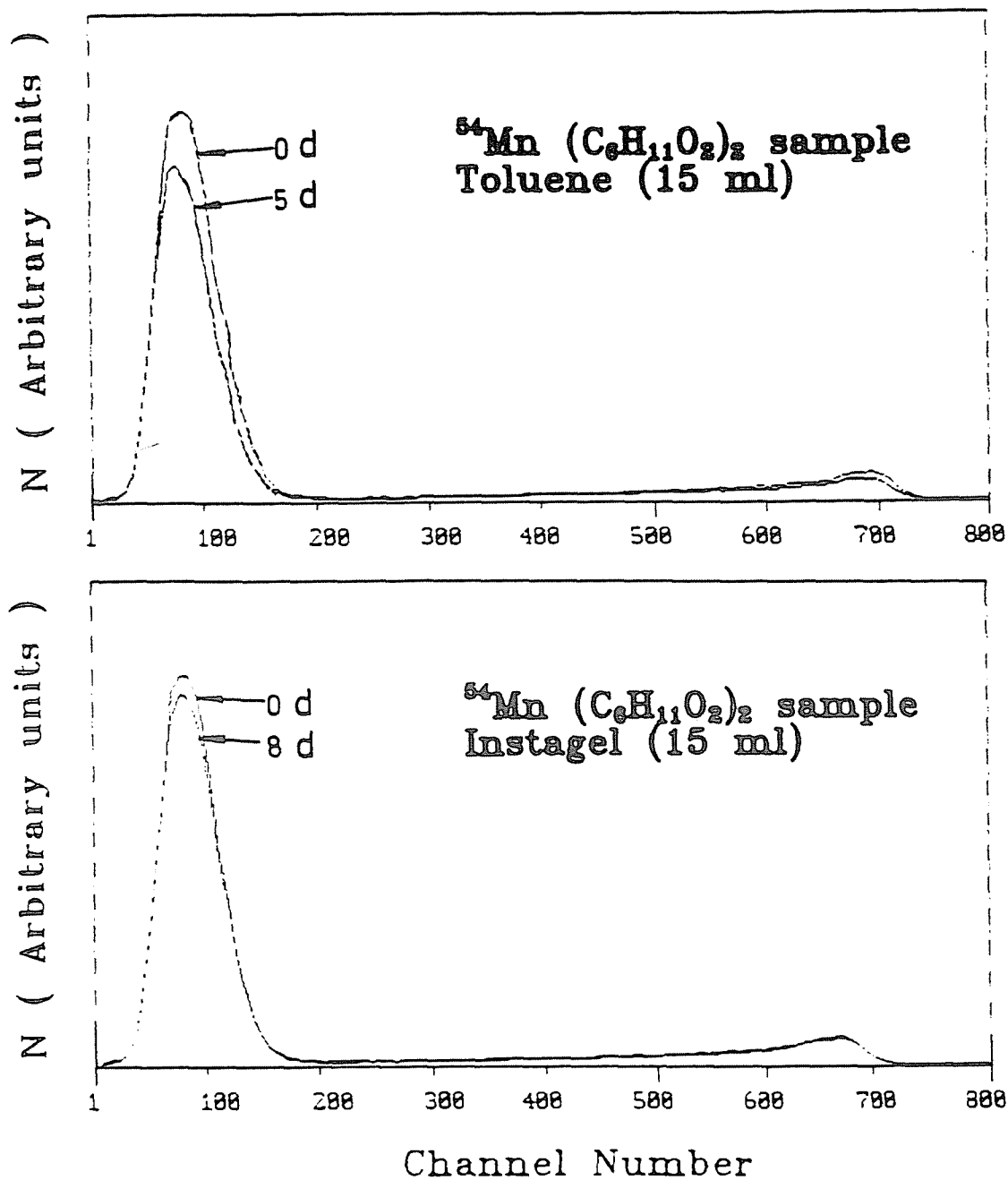


Figura 14. Evolución temporal de los espectros, suavizados mediante promedios de 7 canales, en muestras de $^{54}\text{Mn}(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_2)_2$

CIEMAT - 695

PREPARACION DE SALES MANGANOSAS DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS MARCADOS CON ^{54}Mn Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$ EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Se describen los procedimientos de preparación de dimetilbutirato, decanoato y palmitato manganosos marcados con ^{54}Mn y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento por centelleo líquido a lo largo de varias semanas, en medidas por centelleo líquido con seis centelleadores, Tolueno, Hlsafe II, Instagel, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol.

Comparativamente se estudian muestras inorgánicas de $^{54}\text{MnCl}_2$, que presentan mayor extinción y aceptable estabilidad de recuento pero con indicios de degradación espectral en el período de medidas.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARACION DE SALES MANGANOSAS DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS MARCADOS CON ^{54}Mn Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$ EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Se describen los procedimientos de preparación de dimetilbutirato, decanoato y palmitato manganosos marcados con ^{54}Mn y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento por centelleo líquido a lo largo de varias semanas, en medidas por centelleo líquido con seis centelleadores, Tolueno, Hlsafe II, Instagel, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol.

Comparativamente se estudian muestras inorgánicas de $^{54}\text{MnCl}_2$, que presentan mayor extinción y aceptable estabilidad de recuento pero con indicios de degradación espectral en el período de medidas.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARACION DE SALES MANGANOSAS DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS MARCADOS CON ^{54}Mn Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$ EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Se describen los procedimientos de preparación de dimetilbutirato, decanoato y palmitato manganosos marcados con ^{54}Mn y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento por centelleo líquido a lo largo de varias semanas, en medidas por centelleo líquido con seis centelleadores, Tolueno, Hlsafe II, Instagel, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol.

Comparativamente se estudian muestras inorgánicas de $^{54}\text{MnCl}_2$, que presentan mayor extinción y aceptable estabilidad de recuento pero con indicios de degradación espectral en el período de medidas.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARACION DE SALES MANGANOSAS DE ACIDOS ALIFATICOS MONOCARBOXILICOS MARCADOS CON ^{54}Mn Y ESTUDIO COMPARATIVO CON $^{54}\text{MnCl}_2$ EN MEDIDAS POR CENTELLEO LIQUIDO.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Se describen los procedimientos de preparación de dimetilbutirato, decanoato y palmitato manganosos marcados con ^{54}Mn y se analiza su efecto extintor, la evolución espectral y la estabilidad de recuento por centelleo líquido a lo largo de varias semanas, en medidas por centelleo líquido con seis centelleadores, Tolueno, Hlsafe II, Instagel, PCS, Dioxano-naftaleno y Tolueno-alcohol.

Comparativamente se estudian muestras inorgánicas de $^{54}\text{MnCl}_2$, que presentan mayor extinción y aceptable estabilidad de recuento pero con indicios de degradación espectral en el período de medidas.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARATION OF MANGANOSE SALTS OF CARBOXYLIC ACIDS LABELLED WITH ^{54}Mn AND COMPARISON WITH $^{54}\text{MnCl}_2$ IN LIQUID SCINTILLATION COUNTING.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Procedures for liquid scintillation sample preparation of manganese dimethylbutyrate, decanoate and palmitate, labelled with ^{54}Mn are described. Their quenching effect, spectral evolution and counting stability along several weeks are analysed in liquid scintillation measurements with Toluene, HiSafe II, PCS, Instagel, Dioxane-naphthalene and Toluene-alcohol.

For comparison, inorganic $^{54}\text{MnCl}_2$ samples are also studied, resulting in acceptable counting stability but showing greater quenching and signs of little spectral degradation against the organic samples.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARATION OF MANGANOSE SALTS OF CARBOXYLIC ACIDS LABELLED WITH ^{54}Mn AND COMPARISON WITH $^{54}\text{MnCl}_2$ IN LIQUID SCINTILLATION COUNTING.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Procedures for liquid scintillation sample preparation of manganese dimethylbutyrate, decanoate and palmitate, labelled with ^{54}Mn are described. Their quenching effect, spectral evolution and counting stability along several weeks are analysed in liquid scintillation measurements with Toluene, HiSafe II, PCS, Instagel, Dioxane-naphthalene and Toluene-alcohol.

For comparison, inorganic $^{54}\text{MnCl}_2$ samples are also studied, resulting in acceptable counting stability but showing greater quenching and signs of little spectral degradation against the organic samples.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARATION OF MANGANOSE SALTS OF CARBOXYLIC ACIDS LABELLED WITH ^{54}Mn AND COMPARISON WITH $^{54}\text{MnCl}_2$ IN LIQUID SCINTILLATION COUNTING.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Procedures for liquid scintillation sample preparation of manganese dimethylbutyrate, decanoate and palmitate, labelled with ^{54}Mn are described. Their quenching effect, spectral evolution and counting stability along several weeks are analysed in liquid scintillation measurements with Toluene, HiSafe II, PCS, Instagel, Dioxane-naphthalene and Toluene-alcohol.

For comparison, inorganic $^{54}\text{MnCl}_2$ samples are also studied, resulting in acceptable counting stability but showing greater quenching and signs of little spectral degradation against the organic samples.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

CIEMAT - 695

PREPARATION OF MANGANOSE SALTS OF CARBOXYLIC ACIDS LABELLED WITH ^{54}Mn AND COMPARISON WITH $^{54}\text{MnCl}_2$ IN LIQUID SCINTILLATION COUNTING.

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas. Instituto de Investigación Básica. Madrid.

Procedures for liquid scintillation sample preparation of manganese dimethylbutyrate, decanoate and palmitate, labelled with ^{54}Mn are described. Their quenching effect, spectral evolution and counting stability along several weeks are analysed in liquid scintillation measurements with Toluene, HiSafe II, PCS, Instagel, Dioxane-naphthalene and Toluene-alcohol.

For comparison, inorganic $^{54}\text{MnCl}_2$ samples are also studied, resulting in acceptable counting stability but showing greater quenching and signs of little spectral degradation against the organic samples.

CLASIFICACION DOE Y DESCRIPTORES: 440104. Scintillation counting. Liquid scintillation detectors. Scintillation quenching. Spectra. Stability. Labelled compounds. Carboxylic acid salts. Manganese compounds. Manganese 54. Sample preparation.

