

**CALIBRACION DE UNA DISOLUCION DE U-232**

**por:**

**M.P. Galán Valera**

**M.L. Aceña Barrenechea**

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

**MADRID, 1988**

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES

RADIOACTIVITY

ALPHA SPECTROSCOPY

CALIBRATION

ACCURACY

<sup>232</sup> URANIUM

MEASUREMENTS

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

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

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

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

Este trabajo se ha recibido para su impresión en Octubre de 1988.

Depósito legal: M-39776-1988  
NIPO: 228-88-024-5

I.S.B.N.: 84-7834-006-8



## INDICE

	Pág.
1. INTRODUCCION .....	7
2. EXPERIMENTAL .....	8
2.1. Aparatos .....	8
2.2. Preparación de fuentes .....	8
2.3. Espectrometría .....	10
3. RESULTADOS .....	10
4. BIBLIOGRAFIA .....	19



## 1. INTRODUCCION

En la determinación de uranio en muestras ambientales (polvo, aguas, cenizas, ...) o biológicas (orina, pulmón, ...) por espectrometría de partículas alfa con detectores de semiconductor es habitual utilizar como isótopo trazador una disolución calibrada de  $^{232}\text{U}$ . Ello permite calcular el rendimiento total de todas las operaciones físicas y químicas que se realizan, desde la toma de la muestra hasta la obtención del espectro final y medida de las intensidades de sus líneas.

El  $^{232}\text{U}$  presenta la ventaja de emitir partículas alfa de bastante mayor energía que las correspondientes a los isótopos naturales del uranio ( $^{238}\text{U}$ ,  $^{235}\text{U}$  y  $^{234}\text{U}$ ), por lo que no existe la posibilidad de que se interfieran sus líneas en el espectro por pobre que sea la resolución con que se trabaje. Normalmente no se encuentra en el tipo de muestras que se analizan y es por otra parte, un nucléido fácil de adquirir en el mercado internacional. Sin embargo, su inconveniente radica en que por pertenecer a la serie radiactiva 4 n, sus descendientes, con la excepción del  $^{228}\text{Th}$  de período de desintegración 1.931 años, son de vida corta y hasta que se alcanza el equilibrio, su actividad alfa total varía constantemente desde el momento de la separación química; y como, además, una de las líneas  $\alpha$  del  $^{228}\text{Th}$  interfiere con la línea  $\alpha_0$  del  $^{232}\text{U}$  y lo mismo ocurre con la línea  $\alpha_{196}$  del  $^{224}\text{Ra}$  y la  $\alpha_0$  del  $^{228}\text{Th}$ , la determinación de la actividad  $\alpha$  absoluta debida al  $^{232}\text{U}$ , exclusivamente, se complica y las incertidumbres que acompañan a esta medida son considerables (1).

Dado que el  $^{233}\text{U}$  tiene un período de semidesintegración de  $1,592 \cdot 10^5$  años y como su inmediato descendiente, el  $^{229}\text{Th}$  cuenta también con un período muy largo, 7340 años, no presenta estos inconvenientes. Sin embargo, no puede ser utilizado como trazador en las medidas de uranio natural, porque las energías de sus partículas  $\alpha$  son muy próximas a las correspondientes al  $^{234}\text{U}$  y se interfieren en el espectro  $\alpha$ .

En el presente trabajo se propone un método indirecto de calibrar la solución de  $^{232}\text{U}$ , utilizando como trazador el  $^{233}\text{U}$ , cuyas líneas  $\alpha$  no se interfieren con las de aquél, y que sin embargo no presenta grandes dificultades en su desarrollo. La incertidumbre obtenida es del orden del 2%, definiendo ésta como

$$I = K \sqrt{\sum S_i^2 + \sum \mu_j^2} \quad (1)$$

en la que  $S_i$  es la incertidumbre relativa estimada por métodos estadísticos, tipo A,  $\mu_j$  es la incertidumbre relativa estimada por métodos diferentes no estadísticos, tipo B.  $K = 3$  (2), para un nivel de confianza del 99,7%.

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1. Aparatos

Para la preparación de fuentes radiactivas "espectrométricas" se ha utilizado un equipo de electrolisis, compuesto por una fuente de corriente continua, prototipo JEN, un voltímetro y amperímetro OFFICINE GALILEO y una célula electrolítica de diseño y fabricación propio, representada en la figura 1. El ánodo es un disco de platino fijo a la base de un vaso de 50 ml y el cátodo, rotatorio, es un disco de acero inoxidable que sirve de soporte al depósito radiactivo, y que va montado sobre un vástago que gira por medio de un motor eléctrico.

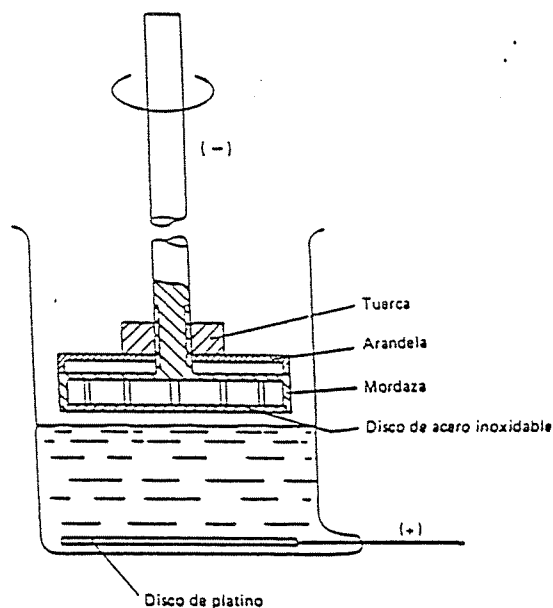


Fig. 1  
Célula electrolítica

Como contador  $2\pi$ , que, en principio, puede considerarse un instrumento absoluto, de medida de actividad  $\alpha$  total, se ha empleado una cámara de ionización con reja, de flujo de argón-metano, con cadena electrónica NUMELEC.

Los espectros  $\alpha$  se han realizado con un detector ORTEC CR-016-50-100, en una cámara de vacío CAMBERRA, a una presión de  $10^{-2}$   $\mu\text{m}$  de Hg, cadena electrónica ORTEC y analizador de impulsos SEIN modelo SPECTROZOOM 4000/200.

La obtención de resultados se ha realizado por medio de un teletipo provisto de perforador de cinta de papel que, posteriormente, ha sido tratada en un minicomputador PDP 11/34 y representados los espectros a través de un registro gráfico BENSON.

### 2.2. Preparación de fuentes

Para la realización de este trabajo se han utilizado dos tipos de fuentes radiactivas:

- Fuentes de  $^{233}\text{U}$  en la medida de la actividad  $\alpha$  total en la cámara de ionización  $2\pi$ .
- Fuentes de una mezcla de disoluciones de  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$  adecuadas para obtener unos espectros  $\alpha$ , con un detector de barrera de silicio, de buena resolución y mínima cola de baja energía.

Los soportes empleados han sido siempre discos de acero inoxidable, perfectamente pulidos, de 25 mm de diámetro, 0,5 mm de espesor, y dado que la disolución



a calibrar tenía una actividad aproximada de unos 17 Bq/ml, se pensó que el mayor volumen que podía depositarse sobre la superficie, sin peligro de que se derramase por los bordes, sería un poco menor de 1 ml. Por este motivo, se decidió medir las alícuotas de solución en lugar de pesirlas por el método del picnómetro, ya que el error estadístico inherente a una medida de actividad tan baja, hacía innecesario llegar a las precisiones de una microbalanza con el trabajo que este método lleva consigo.

Para la medición de los volúmenes de las disoluciones se optó por una pipeta COREX de 0,5 ml, graduada en centésimas de ml, que fue previamente calibrada, pesando el volumen de Hg tridestilado contenido exactamente entre los dos enrrases extremos. Esta operación se repitió diez veces y las masas de Hg obtenidas fueron las siguientes:

6,9474 g	6,9347 g
6,9503 g	6,9339 g
6,9195 g	6,9554 g
6,9503 g	6,9292 g
6,9497 g	6,9331 g

Su valor medio corresponde a 6,9404 g, y la desviación típica a 0.0118, lo que proporciona incertidumbres con un nivel de confianza del 99%,  $st/\sqrt{N} = 0,00965$  equivalente al 0,047% de error relativo.

La temperatura del laboratorio era de  $22.0 \pm 0.5^\circ\text{C}$  y la densidad del Hg para esta temperatura se tomó como:  $13,65 \text{ g.ml}^{-1}$  (3).

Con lo que el volumen de la pipeta calculado era de:

$$V_p = \frac{6,9404}{13,65} = 0,5085 \pm 0,0007 \text{ ml}$$

Para preparar las fuentes de  $^{233}\text{U}$  cuya disolución se deseaba calibrar y que tenía una acidez 1M en  $\text{HNO}_3$ , se utilizaron diez discos de acero inoxidable previamente desengrasados con tricloretileno y sobre cada uno de ellos se depositaron 0,5085 ml de ella, medidos con la pipeta recalibrada, perfectamente limpia con mezcla crómica, secada con alcohol y éter y posteriormente enjuagada con la misma disolución. Conjuntamente se depositaron unas gotas de T.E.G., evaporándose el líquido bajo epirradiator de cuarzo. Una vez las fuentes secas fueron calcinadas a  $500^\circ\text{C}$  para poner el depósito en la forma de óxido.

La disolución a calibrar de  $^{232}\text{U}$ , se preparó a partir de otra de mayor concentración y en medio de HCl, evaporándola a sequedad varias veces con  $\text{HNO}_3$  concentrado y disolviendo el residuo en  $\text{HNO}_3$  1M, en proporción tal que se obtuviera una actividad aproximada de  $17 \text{ Bq.ml}^{-1}$ . De esta disolución, se pipetearon 3 ml y, con la misma pipeta, se tomaron otros 3 ml de la disolución de  $^{233}\text{U}$ , que se evaporaron conjuntamente a sequedad y con el residuo se preparó el electrolito siguiente:

NaF ..... 0,03  
 NaOH al 10% ..... hasta pH 11  
 Volumen  $\text{H}_2\text{O}$  ..... hasta alcanzar una altura de 1 cm. en la célula.

Con este electrolito, a una densidad de corriente de  $1 \text{ mA.cm}^{-2}$  y velocidad de giro de unas 150 r.p.m., se realizó la electrolisis durante tres horas. El disco se retiró

de la disolución antes de cortar la corriente y lavándolo con agua destilada y alcohol se secó bajo epirradiador de cuarzo (4).

En las mismas condiciones se prepararon tres fuentes, resultando los depósitos prácticamente cuantitativos.

### 2.3. Espectrometría

De las diez fuentes de  $^{233}\text{U}$  se realizaron tres recuentos de cada una durante un tiempo de quince minutos, utilizándose como escala el analizador multicanal. De este modo se obtuvieron sendos espectros que permitían estudiar las colas de baja energía con objeto de poder extrapolar hasta energía cero. Así es posible contar todas las partículas  $\alpha$  emitidas por la fuente, dado que la eficiencia de una cámara de ionización del tipo utilizado es el 100% de las emitidas. En la figura 2 se representa uno de los treinta espectros obtenidos que demuestra que la cola de baja energía es muy pequeña, o lo que es lo mismo, que el procedimiento de preparación de fuentes era adecuado con la ventaja de ser inequívocamente cuantitativo.

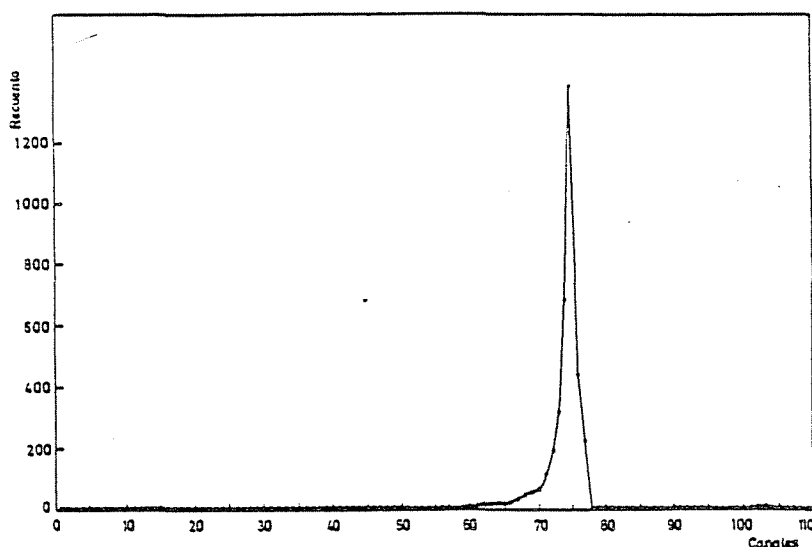


Fig. 2

Espectro U-233 en C.I. con rejilla

Del mismo modo, con las fuentes preparadas por electrolisis de la mezcla de los isótopos  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$  se obtuvieron seis espectros (dos por cada una), utilizándose un detector de barrera de silicio de  $50\text{ mm}^2$  de superficie activa y alta resolución ( $<18\text{ keV}$ ), uno de los cuales está representado en la figura 3.

### 3. RESULTADOS

Los errores que, en principio, se cometen en la calibración de la solución del  $^{233}\text{U}$ , los podremos agrupar en dos categorías: los debidos a la preparación de la muestra (calibración de la pipeta, y enrase en la medida de cada volumen) y los originados

propiamente por la medida radiométrica (autoabsorción de las partículas  $\alpha$  en la propia sustancia depositada, retrodispersión de éstas en el soporte metálico y fluctuaciones estadísticas en la actividad y fondo contados). Lo mismo podemos afirmar de la determinación final de la disolución de  $^{232}\text{U}$ : errores en la preparación de la muestra debidos al doble pipetado de igual cantidad y con la misma pipeta de  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$  y fallos en el recuento, es decir, en la determinación de las intensidades de las líneas en el espectro (medida de las áreas de los picos), en las razones de ramificación elegidas, y fluctuaciones estadísticas en el número de impulsos detectados.

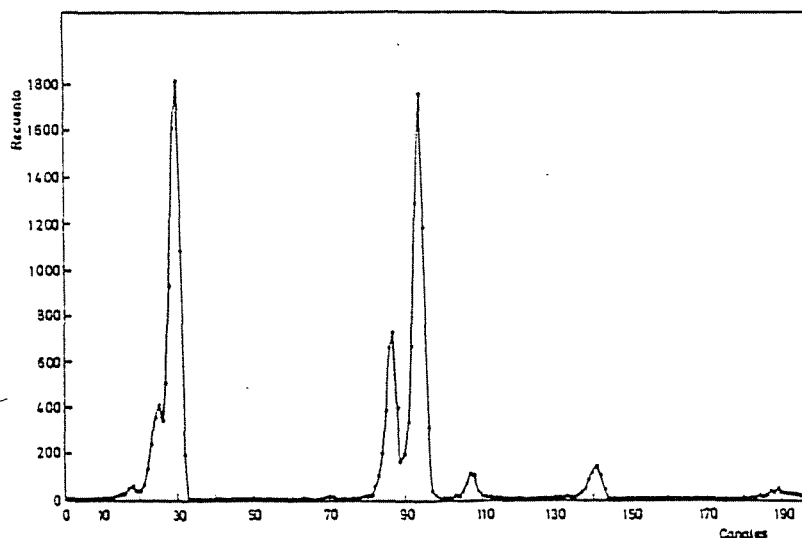


Fig. 3

Espectro mezcla isótopos  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$

De estos errores, unos se pueden considerar como del tipo B: calibración de la pipeta, valor tomado para las razones de ramificación, valor elegido para la retrodispersión, etc. El resto de los mismos se estiman como aleatorios o de tipo A: pipetado, fluctuaciones en el recuento, fondo, etc.

Los primeros se han estimado como se indica a continuación y los aleatorios han sido englobados todos, determinándose la desviación típica de todas las medidas. La incertidumbre total se expresa como se señaló en la expresión (1).

Para calcular la retrodispersión se han utilizado las fórmulas de Crawford (5), tomándose como alcance de las partículas  $\alpha$  del  $^{233}\text{U}$ , 3,2 cm. y como peso atómico medio del acero inoxidable 56, con lo que resulta un factor de retrodispersión del 1,2% con un error estimado del 10%. Este error repercute en la determinación final de la actividad absoluta de la solución de  $^{233}\text{U}$  de una forma sistemática, tipo B, en un 0,08%.

Por otra parte, en el recalibrado de la pipeta COREX utilizada, se cometió un error del 0,047% con un nivel de confianza del 99%, como ya se ha señalado; este error también influirá de una forma sistemática en la determinación, por lo que se han sumado cuadráticamente los tercios, con lo que se obtiene un error sistemático de 0,09%.

Para calcular las pérdidas en el recuento debidas a la autoabsorción de partículas  $\alpha$  en la propia sustancia de la muestra se ha utilizado la expresión:

$$F = \frac{1}{2} \frac{M}{AR} \quad (II)$$

en la que M es la masa, en mg, de sustancia depositada; A, el área que ocupa el depósito, en  $\text{cm}^2$ , y R, el alcance de las partículas  $\alpha$  en la muestra, dado en  $\text{mg}/\text{cm}^2$  (6).

El  $^{233}\text{U}$  depositado sobre los soportes pulidos de acero inoxidable debe estar en la forma de  $\text{U}_3\text{O}_8$ , dado que las fuentes fueron calcinadas y éste es el óxido estable a altas temperaturas. Por lo tanto, se ha calculado el alcance de partículas  $\alpha$  de energía 4,824 MeV en tal óxido; para lo cual se tomó como alcance en aire de estas partículas, 3,2 cm. equivalente, en espesor másico de 4,13  $\text{mg}/\text{cm}^2$ . A partir de aquí, se calcularon los alcances en U y O mediante la ecuación dada por G. Friedlander (7):

$$\frac{R_z}{R_a} = 0,90 * 0,275Z * (0,06 - 0,00862) \log \frac{E}{M} \quad (III)$$

con las variaciones de emplear para el caso del alcance en U en lugar de  $R_z$ :  $R'_z = R_z * (0,01 Z/z)$  y en el caso del oxígeno sustituir  $0,90 * 0,275Z$  por la unidad, como él mismo recomienda. En estas expresiones los significados de las diversas variables son:

- $R_z$  = alcance en el elemento,
- $R_a$  = alcance en aire,
- $Z$  = número atómico del elemento,
- $z$  = número atómico de la partícula,
- $E$  = energía de la partícula en MeV,
- $M$  = masa atómica de la partícula.

El alcance en el compuesto está relacionado con los alcances en cada uno de los elementos que lo componen por:

$$\frac{1}{R_t} = \sum \frac{W_i}{R_i} \quad (IV)$$

siendo  $W_i$  la fracción de cada elemento. Aplicando estas expresiones se obtiene:

$$\begin{aligned} W_U &= 0,845 \\ W_O &= 0,155 \\ R_U &= 13,46 \text{ mg}/\text{cm}^2 \\ R_O &= 4,104 \text{ mg}/\text{cm}^2 \\ R_{\text{U}_3\text{O}_8} &= 9,94 \text{ mg}/\text{cm}^2 \end{aligned}$$

La superficie A del depósito es de 3  $\text{cm}^2$  y dado que la actividad resultante es de unos 16,7 Bq, la masa de óxido de uranio correspondiente a esta actividad será:  $M = 5,5 \cdot 10^{-5}$  mg. Suponiendo que el depósito es homogéneo, la fracción de partículas alfa perdidas por autoabsorción resultan según la ecuación (II):  $9,21 \cdot 10^{-7}$  ó lo que es lo

mismo un  $9,21 \cdot 10^{-5} \%$  de partículas no son contadas. Dado que este porcentaje es perfectamente despreciable no ha sido tenido en cuenta. Lo que también puede observarse en la mínima cola de baja energía del espectro representado en la figura 2. Finalmente, se ha estimado el error sistemático total en un  $0,1\%$ , superior en  $0,03\%$  del calculado, por la pequeña incertidumbre introducida en la extrapolación a energía cero de la cola de baja energía.

Los resultados de la integración de los 30 espectros de las muestras de  $^{233}\text{U}$  se presentan en la tabla 1, de donde se deduce que la actividad de la disolución que se ha empleado como trazador para calibrar posteriormente la de  $^{232}\text{U}$  es:

$$A_e = \frac{8,26}{0,5085} = \underline{16,25 \pm 0,17 \text{ Bq}} \quad (\text{V})$$

El método descrito anteriormente para la preparación de fuentes de uranio por electrolisis en medio NaF es bastante específico para este elemento, y, trabajando adecuadamente resulta prácticamente cuantitativo, a partir de unas dos horas y media de operación; sin embargo, algo de Th también puede depositarse y plomo por supuesto. Esto hace que en el espectro, juntamente con los dos isótopos de uranio y a su derecha, por ser emisores de partículas  $\alpha$  más energéticas, aparezcan una serie de picos más pequeños, correspondientes a los descendientes del  $^{232}\text{U}$  pertenecientes a la serie radiactiva  $4n + 2$ , como puede verse en el espectro representado en la figura 3. (No aparecen todos los emisores  $\alpha$  de la serie porque el espectro sólo abarca el intervalo de energías 4,5-6,1 MeV). En la tabla 2 figuran listados todos los descendientes del  $^{232}\text{U}$ , emisores de partículas  $\alpha$ , juntamente con las energías de éstas, las respectivas intensidades y los periodos de semidesintegración.

Para conocer las intensidades de las líneas correspondientes a los isótopos  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$  se han sumado los contenidos de los 30 canales que componen: 7 canales a la derecha del máximo de la línea  $\alpha_0$  y 22 a la izquierda. Procediendo de esta manera, se cuentan también como impulsos pertenecientes a estos isótopos, los correspondientes a las colas de baja energía de los demás nucleidos de la serie  $4n$  más energéticos, lo que introduce un error que, aunque pequeño, debe ser corregido. Esto se ha hecho estimando que las colas de baja energía de los picos pueden ajustarse, en primera aproximación, a una función del tipo

$$\frac{dN}{dE} = C + A e^{BE} \quad (\text{VI})$$

en la que la constante C, que se supone proporcional, en el límite  $E \rightarrow 0$ , a las áreas de los respectivos picos del espectro se calcula de la parte plana del espectro entre las líneas del  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$ , ajustándola a un valor medio para el total, y repartiendo, después, este valor proporcionalmente a las demás líneas como puede verse en la figura 4 (no todas las líneas representadas en la figura). Las constantes A y B se han ajustado a partir de las zonas rectilíneas de los picos menos interferidos (8), como también se ha representado en el espectro. A las áreas calculadas directamente se han sustraído estas colas así determinadas y los resultados obtenidos se presentan en la tabla 3.

TABLA 1

Espectro	Tiempo (s)	Cola extrapolada	Area	Actividad d.p.m.
U-311	900	18	3742	495.389
U-312	900	14	3708	490.382
U-313	900	8	3628	479.051
U-321	900	20	3719	492.622
U-322	900	24	3678	487.747
U-323	900	13	3754	496.311
U-331	900	10	3808	503.03
U-332	900	17	3845	508.827
U-333	900	11	3756	496.311
U-341	900	20	3778	500.395
U-342	900	22	3710	491.7
U-343	900	11	3752	495.784
U-351	900	18	3762	498.024
U-352	900	24	3830	507.773
U-353	900	14	3715	491.304
U-361	900	14	3599	476.021
U-362	900	20	3600	476.943
U-363	900	26	3633	482.082
U-371	900	23	3741	495.916
U-372	900	18	3756	497.233
U-373	900	16	3733	493.939
U-381	900	16	3853	509.75
U-382	900	10	3782	499.605
U-383	900	9	3750	495.257
U-391	900	24	3887	515.283
U-392	900	16	3801	502.899
U-393	900	14	3775	499.21
U-3101	900	13	3784	500.264
U-3102	900	15	3694	488.669
U-3103	900	22	3810	504.875

Coefficiente de retrodispersion = 1.2%

Desviación = 9.39274 d.p.m.

Desviación de la media = 1.71487 d.p.m.

Error sistemático = 0,1%

Desviación relativa media = 0,34%

Incertidumbre = 1,06% (para un nivel de confianza del 99,7%)

Actividad = (8.26255 ± 0,088) Bq

TABLA 2

ENERGIA E INTENSIDADES RECOMENDADAS PARA LAS PARTICULAS $\alpha$ EMITIDAS POR EL $^{232}\text{U}$ Y DESCENDIENTES DE LA SERIE 4n.			
Espectro	Energía (kV)	Intensidades (%)	Período
$^{232}\text{U}$	5263,54	31,2	72a
	5320,30	68,6	
$^{228}\text{Th}$	5340,54	26,7	1,9131a
	5423,33	72,7	
$^{224}\text{Ra}$	5449	4,9	3,60d
	5685	95,1	
$^{220}\text{Rn}$	6288,29	99,93	55,6sg
$^{216}\text{Po}$	6778,5	99,997	0,15sg
$^{212}\text{Bi}$	6050,77	25,22	60,55mn
	6090,06	9,63	
$^{212}\text{Po}$	8784,8	100	$3,5 \times 10^{-7}\text{sg}$

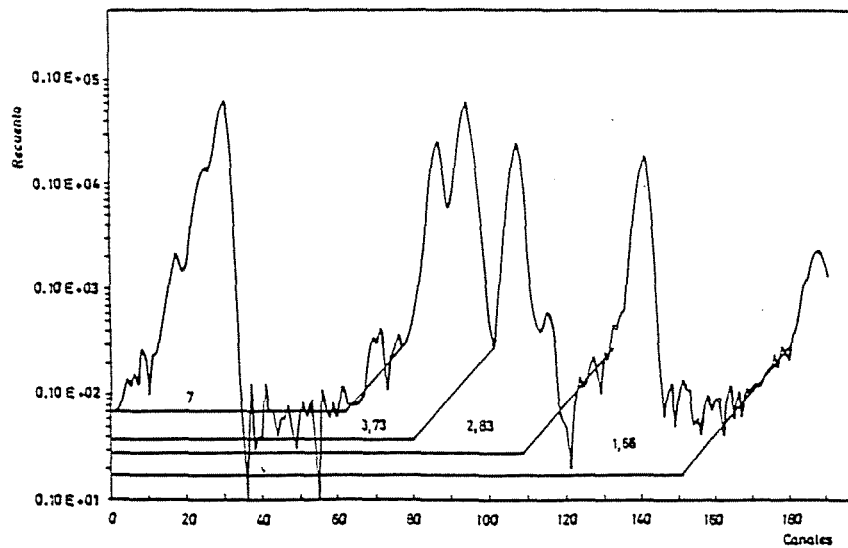


Fig. 4  
Espectro mezcla isótopos  $^{233}\text{U}$  y  $^{232}\text{U}$

Por otra parte, línea  $\alpha_{83}$  correspondiente al  $^{228}\text{Th}$ , de 5340,54 keV y una probabilidad del 26,7% , queda completamente integrada en la línea  $\alpha_0$  del  $^{232}\text{U}$  y debe ser sustraída a partir del conocimiento de la intensidad del  $\alpha_0$  correspondiente al  $^{228}\text{Th}$ , perfectamente resuelta. Los valores obtenidos tanto del número de impulsos a restar como del área del  $^{232}\text{U}$  de esta forma corregida también figuran en las dos últimas columnas de la tabla 3.

TABLA 3

Espectro	Áreas-cola baja energía			$\alpha_{83}\text{Th}$	$^{232}\text{U}$ Área corregida
	$^{233}\text{U}$	$^{232}\text{U}$	$^{228}\text{Th}$		
U-21	10553	11542	528	194	11348
U-211	7902	8514	462	170	8514
U-22	22084	24536	2712	996	23540
U-221	10870	11848	1382	508	11340
U-23	15502	17808	4786	1757	16051
U-231	29640	35508	9786	3594	31914

En la tabla 4 se reseñan las colas restadas.

TABLA 4

Espectro	Colas a restar		
	$^{233}\text{U}$	$^{232}\text{U}$	$^{228}\text{Th}$
U-21	54	12	5
U-211	60	19	10
U-22	90	33	17
U-221	60	21	9
U-23	96	60	28
U-231	210	120	57

La relación entre el área del patrón  $^{233}\text{U}$ , restada la cola de baja energía, y el área corregida del  $^{232}\text{U}$ , corresponde a la relación entre la actividad, conocida, del patrón de  $^{233}\text{U}$  añadida a la disolución de  $^{232}\text{U}$  y la actividad desconocida de éste, con lo que su determinación es inmediata.

Las relaciones  $R_i$  encontradas para los seis espectros figuran en la tabla 5.



TABLA 5

Espectro	$R_i = \frac{A^{233}U}{A^{232}U}$
U-21	0,9299
U-211	0,9470
U-22	0,9381
U-221	0,9585
U-23	0,9658
U-231	0,9287

Para calcular el valor medio y su desviación correspondiente, se han utilizado las expresiones:

$$\bar{R} = \frac{\sum_i W_i R_i}{\sum W_i} \quad (VII)$$

$$\bar{D} = \sqrt{\frac{\sum_i W_i (R - R_i)^2}{6 \sum W_i}} \quad (VIII)$$

ya que, al tener diferente número de impulsos acumulados cada uno de los espectros, las dos magnitudes deben calcularse de una forma ponderada. El peso dado a cada una de las  $R_i$  se ha establecido como el inverso de la varianza respectiva  $W_i = 1/S_i^2$  (9).

Para calcular las varianzas se ha recurrido a la ley de propagación de errores independientes:

$$S_{A_i}^2 = \sum \left[ \frac{\partial R}{\partial A_i} \right]^2 S_{A_i}^2 \quad (IX)$$

aplicada a la ecuación

$$R = \frac{A^{233}U}{A^{232}U - 0,367A^{228}Th} \quad (X)$$

en la que se ha despreciado el error cometido en el cálculo de las colas de baja energía, dado el pequeño valor de éstas con relación al área de cada uno de los picos. La expresión obtenida es la siguiente:

$$S_{R_i} = R \sqrt{\frac{1}{A^{233}U} + \frac{A^{232}U + 0,1347 A^{228}U}{(A^{232}U - 0,367 A^{228}Th)^2}} \quad (XI)$$

en la que se admite que  $S_{A_i} = \sqrt{A_i}$  por obedecer la desintegración radiactiva a la ley de Poisson.

En la tabla 6 se señalan las desviaciones típicas así obtenidas, juntamente con los pesos derivados de ellas y que han sido aplicadas en las expresiones (VII) y (VIII).

TABLA 6

Espectro	S <sub>i</sub>	W <sub>i</sub>
U-21	0,0126	6299
U-211	0,0150	4444
U-22	0,0089	12625
U-221	0,0131	5827
U-23	0,0113	7831
U-231	0,0078	16436

Con estos valores se obtienen para la relación media y su desviación típica:

$$\bar{R} = 0,9413$$

$$\bar{D} = 0,59 \%$$

Con lo que la actividad de la disolución de  $^{232}\text{U}$  resulta ser:

$$A_c^{232}\text{U} = \frac{A_c\text{U}^{233}}{R} = \frac{16,25}{0,9413} = 17,26 \text{ Bq}$$

con una incertidumbre, para  $K = 3$  (nivel de confianza del 99,7%) de 2.1% .

Es decir, que la actividad medida de la disolución de  $^{232}\text{U}$  vendría dada por

$$\underline{17,26 \pm 0,36 \text{ Bq/ml}}$$

## BIBLIOGRAFIA

- (1) LEDERER, SHIRLEY, Table of Isotopes, Seventh Edition.
- (2) BALMISA, J.M, Bureau National de Metrologie, Ministere de la Recherche et de l'Industrie, Paris (1983).
- (3) Handbook of Chemistry. Página 1385, Seventh Edition.
- (4) ACEÑA, M.L., GARCIA-TORAÑO, E, CRESPO, M.T., Espectrometría de Radiación Alfa, Instituto de Estudios de la Energía (1986).
- (5) CRAWFORD, J.A., Paper 16.55. The Transuranium Element. National Nuclear Energy Series. Division IV, Vol. 14B, Mac Graw-Hill Book Company. Inc. N.Y., 1949.
- (6) CUNNINGHAM, A., GUIORSO, and JAFFEY, A.H., Paper 16.55. The Transuranium Element. National Nuclear Energy Series. Division IV, Vol. 14B, Mac Graw-Hill Book Company. Inc. N.Y., 1949.
- (7) FRIEDLANDER, G. y KENNEDY, J.W., Nuclear and Radiochemistry. John Wiley & Hall. Ltd. London, 2ª impresión, 1956, página 189.
- (8) AMOUDRY, F. and SILLY, M., Int. J. Appl. Radiat. Isot. Vol. 35, No. 4, pp. 259-262 (1984).
- (9) YOUNDEN, W.J., Statistical Methods for Chemists. Wiley, J. & Sons. New York (1955).



### CIEMAT 624

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

#### CALIBRACION DE UNA DISOLUCION DE $^{232}\text{U}$

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

Se presenta un método para determinar, por espectroscopía alfa con detectores de semiconductor, la actividad de una disolución de  $^{232}\text{U}$  por comparación con la actividad, previamente medida en una cámara de ionización con rejilla, de geometría  $2\pi$ , de otra disolución de  $^{233}\text{U}$ . La incertidumbre total conseguida en la medida es del orden del 2%.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}\text{Uranium}$ . Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRACION DE UNA DISOLUCION DE $^{232}\text{U}$

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

Se presenta un método para determinar, por espectroscopía alfa con detectores de semiconductor, la actividad de una disolución de  $^{232}\text{U}$  por comparación con la actividad, previamente medida en una cámara de ionización con rejilla, de geometría  $2\pi$ , de otra disolución de  $^{233}\text{U}$ . La incertidumbre total conseguida en la medida es del orden del 2%.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}\text{Uranium}$ . Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRACION DE UNA DISOLUCION DE $^{232}\text{U}$

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

Se presenta un método para determinar, por espectroscopía alfa con detectores de semiconductor, la actividad de una disolución de  $^{232}\text{U}$  por comparación con la actividad, previamente medida en una cámara de ionización con rejilla, de geometría  $2\pi$ , de otra disolución de  $^{233}\text{U}$ . La incertidumbre total conseguida en la medida es del orden del 2%.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}\text{Uranium}$ . Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRACION DE UNA DISOLUCION DE $^{232}\text{U}$

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

Se presenta un método para determinar, por espectroscopía alfa con detectores de semiconductor, la actividad de una disolución de  $^{232}\text{U}$  por comparación con la actividad, previamente medida en una cámara de ionización con rejilla, de geometría  $2\pi$ , de otra disolución de  $^{233}\text{U}$ . La incertidumbre total conseguida en la medida es del orden del 2%.

CLASIFICACION INIS Y DESCRIPTORES: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}\text{Uranium}$ . Measurements.



### CIEMAT 624

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

#### CALIBRATION OF $^{232}\text{U}$ SOLUTION

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

A method for ascertaining the activity by alpha spectroscopy with semiconductor detectors, of a solution of  $^{232}\text{U}$  is presented. It consists of the comparison with a  $^{233}\text{U}$  solution activity previously measured in a gridded ionization chamber of  $2\pi$  geometry. The total measurement uncertainty is about  $\pm 0,02$ .

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}$  Uranium. Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRATION OF $^{232}\text{U}$ SOLUTION

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

A method for ascertaining the activity by alpha spectroscopy with semiconductor detectors, of a solution of  $^{232}\text{U}$  is presented. It consists of the comparison with a  $^{233}\text{U}$  solution activity previously measured in a gridded ionization chamber of  $2\pi$  geometry. The total measurement uncertainty is about  $\pm 0,02$ .

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}$  Uranium. Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRATION OF $^{232}\text{U}$ SOLUTION

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

A method for ascertaining the activity by alpha spectroscopy with semiconductor detectors, of a solution of  $^{232}\text{U}$  is presented. It consists of the comparison with a  $^{233}\text{U}$  solution activity previously measured in a gridded ionization chamber of  $2\pi$  geometry. The total measurement uncertainty is about  $\pm 0,02$ .

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}$  Uranium. Measurements.

### CIEMAT 624

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

#### CALIBRATION OF $^{232}\text{U}$ SOLUTION

M.P. GALAN VALERA; M.L. ACEÑA BARRENECHEA (1988) 19 pp., 4 figs., 6 tabs y 9 refs.

A method for ascertaining the activity by alpha spectroscopy with semiconductor detectors, of a solution of  $^{232}\text{U}$  is presented. It consists of the comparison with a  $^{233}\text{U}$  solution activity previously measured in a gridded ionization chamber of  $2\pi$  geometry. The total measurement uncertainty is about  $\pm 0,02$ .

INIS CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: Radioactivity. Alpha Spectroscopy. Calibration Accuracy.  $^{232}$  Uranium. Measurements.

