

ATUAL ESTADO DE DESENVOLVIMENTO DA TÉCNICA
DE ESPECTROMETRIA DE MASSA TERMOIÔNICA NO
IPEN.

JORGE EDUARDO DE SOUZA SARKIS
MAURÍCIO HIROMITU KAKAZU
ISABEL MORENO DA SILVA SOUZA
IPEN-CNEN/SP

RESUMO

Neste trabalho é apresentada uma revisão dos métodos de espectrometria de massa desenvolvida no IPEN. Nossos esforços no campo da espectrometria de massa termoiônica podem ser divididos em três áreas gerais: medidas de composição isotópica, determinação da concentração de elementos por meio da técnica de diluição isotópica e medidas de parâmetros nucleares.

INTRODUÇÃO

O desenvolvimento comercial de espectrômetros de massa com alta sensibilidade equipados com fonte termoiônicas, fez da espectrometria de massa uma das técnicas de maior emprego em análises de elementos de interesse geológico e nuclear. Os esforços do Laboratório de Caracterização Isotópica do IPEN na área de espectrometria de massa termoiônica iniciaram-se em 1977 e desde então, foram realizadas cerca de 3500 análises isotópicas. As nossas atividades podem ser divididas em três áreas gerais: medidas da composição isotópica, determinação de concentração de elementos actinídeos e terras raras em vários materiais e medidas de parâmetros nucleares.

Diferentes métodos têm sido desenvolvidos para a realização de análises isotópicas de U, Pu, B, Li, Cd, Pb, Th e elementos terras raras.

A concentração isotópica de urânio e plutônio em combustível nuclear irradiado; a concentração de urânio em solução rejeito de processos e a concentração de urânio em amostras geológicas foram determinadas utilizando-se a técnica de diluição isotópica aplicada a espectrometria de massa.

A queima do combustível nuclear irradiado foi obtida pelo método do produto estável de fissão ^{148}Nd como também pelo método do átomo pesado.

O fluxo de nêutrons integrado do reator IEA-R1 foi estudado por meio da medida da variação da composição isotópica do cádmio e gádoínio antes e após o período de irradiação.

Para a obtenção de resultados precisos e exatos é desenvolvido um programa periódico de calibração do espectrômetro de massa, analisando-se padrões isotópicos de modo a avaliar-se o desempenho do equipamento e a reprodutibilidade das condições analíticas pré-estabelecidas.

ESPECTRÔMETRO DE MASSA

As análises isotópicas são feitas empregando-se um espectrômetro de massa termoiônico de focalização simples, modelo TH-5, fabricado pela Varian Mat.

São partes integrantes do espectrômetro de massa, a fonte de íons, um sistema analisador magnético, um sistema detetor equipado com um coletor tipo Copo de Faraday e um detetor multiplicador de elétrons de 23 estágios.

O campo magnético, a unidade de salto de pico e o sistema de atenuação de sinal são controlados automaticamente por um microcomputador adaptado ao instrumento, que adquire e processa os dados.

A aquisição de dados é feita pela integração de quatro medidas da intensidade do sinal no topo do pico, realizadas em um ciclo de medidas de 11 varreduras, sendo que cada ciclo é repetido 3 vezes. As quatro medidas no topo do pico são realizadas dentro de um intervalo de tempo, que depende da magnitude deste sinal, normalmente fixa-se o tempo de 3 a 7 segundos. Em cada ciclo de medidas, a medida da intensidade de cada pico é corrigida pela subtração do sinal de fundo. A intensidade do isotópo minoritário deve ser pelo menos duas vezes a intensidade do sinal de fundo. Da instabilidade do sinal é corrigida pelo método da interpolação alternada [1,2]. A razão isotópica é calculada a partir das intensidades iônicas corrigidas divididas pela intensidade iônica de um isotópo tomado como referência, que normalmente é o isotópo majoritário.

A cada conjunto de dez medidas de razão isotópica é feito um tratamento estatístico, calculando-se a razão isotópica média, o desvio padrão, a porcentagem atômica, a porcentagem em peso e por fim é feito um teste de rejeito para eliminação de dados que apresentam desvios significativos da população. Caso haja uma eliminação de dados superior a 30%, faz-se uma nova aquisição de dados, caso contrário os dados de entrada e os resultados são impressos.

CALIBRAÇÃO DO ESPECTRÔMETRO DE MASSA

Nos espectrômetros de massa do tipo termoiônico, a produção de íons é realizada por meio de um processo de aquecimento de uma amostra em superfície metálica com alta função de trabalho.

A elevada temperatura necessária para a produção dos íons, ocasiona uma evaporação preferencial dos isotópos mais leves em relação aos isotópos mais pesados.

Este efeito, denominado de fracionamento isotópico, altera as medidas de razão isotópica. As correções de medidas para este efeito são feitas com a utilização de padrões isotópicos. Para a determinação do fator de correção do efeito do fracionamento isotópico é utilizado o padrão isotópico NBS U500, cujo, valor certificado para a razão $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ é 0,9997.

A figura 1 mostra o efeito do fracionamento isotópico, sobre as medidas da razão $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ em função do tempo de análise deste padrão isotópico.

Observando-se o comportamento do fracionamento isotópico, nota-se uma significativa dependência da razão isotópica com o tempo de análise. Assim, para todas as análises de urânio adota-se um padrão de procedimento em que estabelece a leitura de dados a partir de 20 minutos após o início da emissão iônica de urânio.

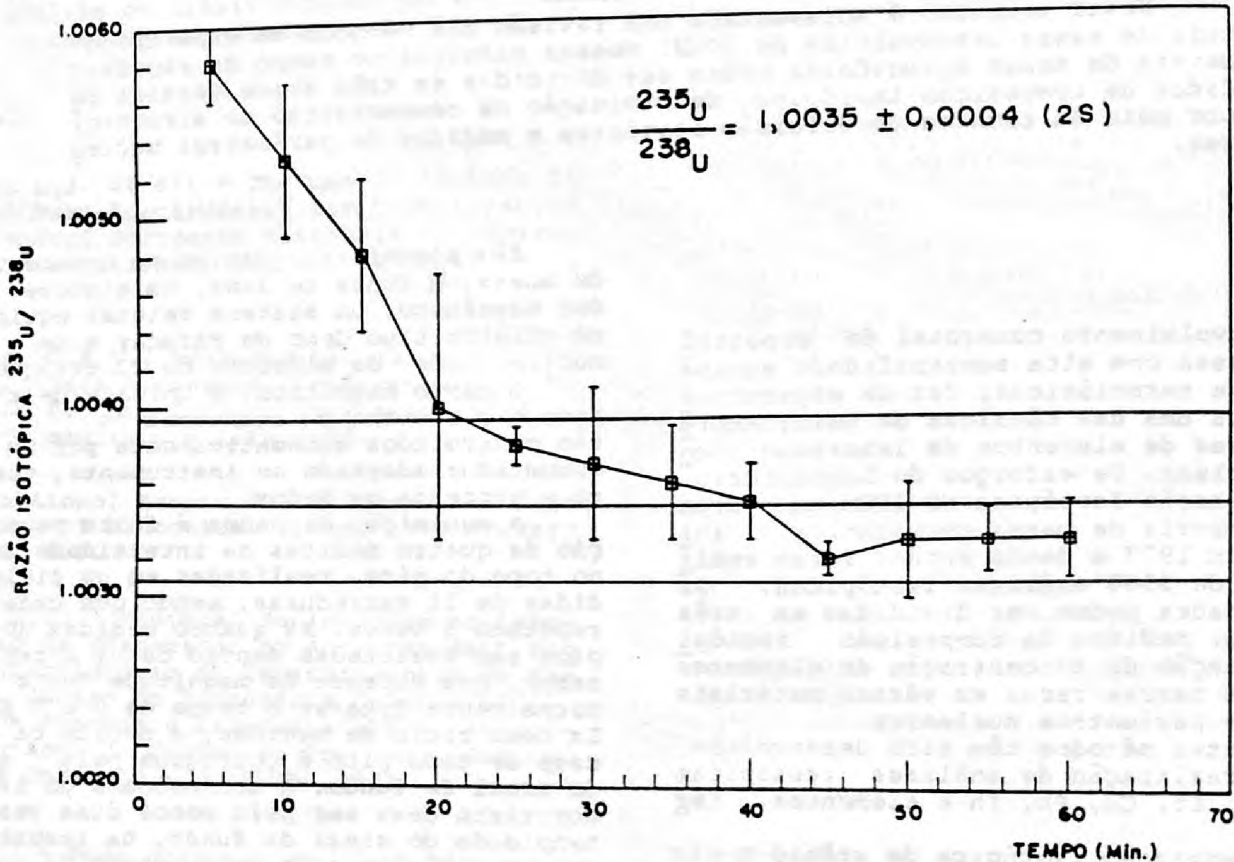


FIG. 1 - FRACIONAMENTO ISOTÓPICO - NBS U500

A tabela 1 apresenta o resultados de medida da razão isotópica $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ obtidos para o padrão isotópico NBS U500 nos últimos anos dentro do programa periódico de calibração do espectrômetro de massa.

Tabela 1 - Programa periódico de calibração do espectrômetro de massa.

ANO	razão isotópica	fator de desvio (B)
1987	1,0032	0,9965
1988	1,0032	0,9965
1989	1,0035	0,9962
1990	1,0034	0,9963
1991	1,0033	0,9964
MÉDIA	1,0033	0,9964
desvio padrão	± 0,0001	± 0,0001

O fator de desvio apresentado na tabela refere-se as relações entre o valor de razão $^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ certificado pelo laboratório de referência e aqueles obtidos experimentalmente pelo nosso laboratório.

Uma comparação entre o valor médio de razão isotópica obtida com diferentes amostras e em diferentes anos ($1,0033 \pm 0,0001$), e o valor médio de razão isotópica ($1,0035 \pm 0,0004$) fixada para efeito de controle do fracionamento isotópico (fig.1), mostra que o procedimento de análise previamente estabelecido vem sendo empregado corretamente. Este procedimento diz respeito a: preparação química, deposição da amostra no filamento, procedimento de medida pelo espectrômetro de massa, aplicação dos fatores de correção, e controle estatístico das medidas.

A figura 2 mostra, em gráfico, os resultados da tabela 1, considerando as medidas realizadas em cada ano, com os respectivos desvios padrão representados em barras. Observa-se que todas as medidas estão dentro do limite de controle estabelecido.

Um outro fator que altera os valores de razão isotópica consiste na não linearidade do sistema de medidas. Portanto uma avaliação deste dado deve abranger todo o intervalo de valores em que as medidas são realizadas.

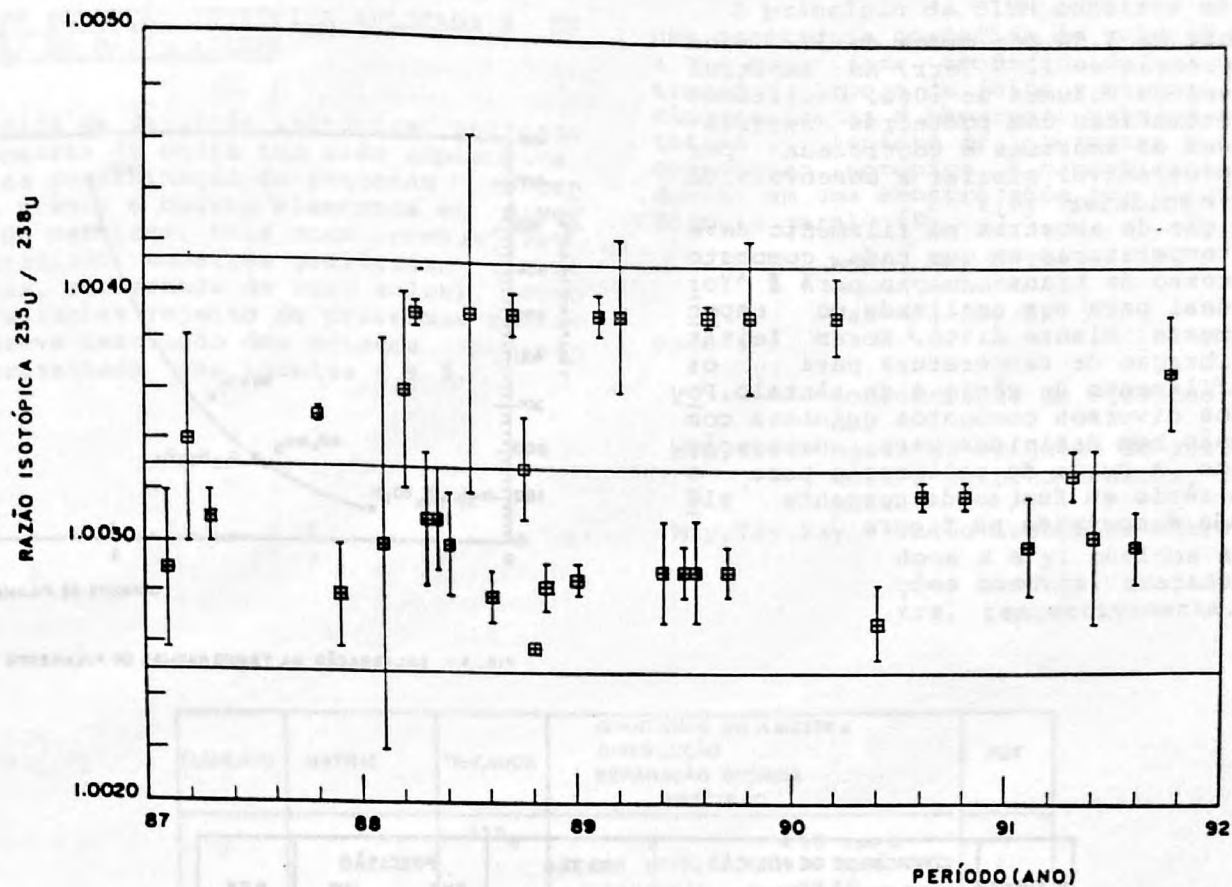


FIG. 2 - PROGRAMA DE CALIBRAÇÃO DO ESPECTRÔMETRO DE MASSA - NBS U500

Na prática, esta avaliação é feita por meio das medidas de padrões isotópicos NBS, cujas razões isotópicas se estendem a todo o intervalo de medidas em investigação. Com estes dados são calculados os fatores de desvio (K) para cada padrão analisado.

A tabela 2 apresenta os resultados obtidos na análise destes padrões (M), os valores certificados (C) e os coeficientes de calibração K ($K = M \times B/C$).

Tabela 2 - Linearidade do sistema de medidas

NBS	$^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ medido	$^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$ certificado	K
010	0,01016	0,01014	0,9984
020	0,02084	0,02081	0,9978
030	0,03146	0,03143	0,9974
050	0,05293	0,05278	0,9992
100	0,1135	0,1136	0,9955
200	0,2525	0,25126	1,0013
500	1,0033	0,99977	1,0000
750	3,1699	3,1662	0,9944
970	186,727	186,772	0,9962

Os fatores K obtidos para todas as medidas, mostram uma consistência de resultados apresentando valores homogeneamente distribuídos em torno do valor médio de $K = 0,9978 \pm 0,002$, sem apresentar tendências, indicando haver uma boa linearidade do sistema de medidas.

ANÁLISE DA COMPOSIÇÃO ISOTÓPICA

No desenvolvimento de métodos de medidas de composição isotópica para um determinado elemento, devem ser considerados vários parâmetros tais como: procedimento de preparação química da amostra; a quantidade de amostra depositada e procedimento de conversão do composto no filamento; e o procedimento de análise [2]. A reprodução destes procedimentos é essencial para a obtenção da reprodutibilidade dos resultados nas diferentes análises.

As análises isotópicas dos diversos elementos realizados em nossos laboratórios, em sua maioria, utilizando arranjos de filamento tipo duplo, são apresentados na tabela 3.

Para a medida do enriquecimento de urânio em amostras de UF_6 foi montado um sistema para transferência e hidrólise de gás [3]. De pois de ser feita a amostragem a análise isotópica é feita empregando-se o método estabelecido para os compostos sólidos de urânio.

Nos arranjos de filamento da fonte de íons são empregadas fitas de rênio ou de tântalo, ambas com dimensões 0,0015 polegadas de espessura X 0,030 polegadas de largura, adquiridas da Rembar Co., EUA. Antes do uso, os filamentos são preaquecidos por meio da passa

gem de corrente de 3,5A por cerca de 30 minutos sob uma pressão de 10^{-6} Torr. As amostras são depositadas em volumes de 10 μ L, utilizando-se pipetas automáticas com ponteiros descartáveis. A secagem de amostras é controlada por uma unidade programável similar a desenvolvida por Granlich e Shideler [4].

A deposição de amostras no filamento deve obedecer as temperaturas em que cada composto sofre, o processo de transformação para a forma química ideal para ser analisada no espectrômetro de massa. Diante disto, foram feitas curvas de calibração de temperatura para os arranjos de filamento de rênio e de tântalo. Foram utilizados diversos compostos químicos com pontos de fusão bem definidos para deposição nos filamentos. A curva de calibração para o filamento de rênio em função da corrente elétrica aplicada é mostrada na figura 3.

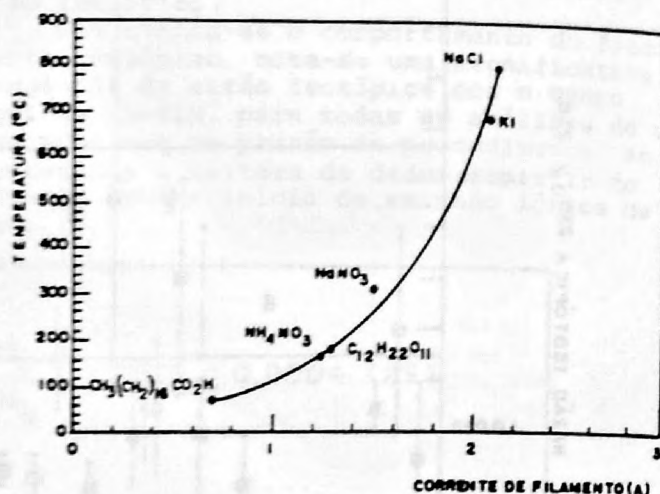


FIG. 3 - CALIBRAÇÃO DA TEMPERATURA DO FILAMENTO

ELEMENTO	CONDIÇÃO DE DEPOSIÇÃO TIPO DE FILAMENTO QUANTIDADE DE AMOSTRA	RAZÃO ISOTÓPICA	PRECISÃO (%)		REF.
			EXT.	INT.	
U	SIMPLES - Re 5 - 10 μ g 0,5N HNO ₃ + SACAROSE	$^{235}\text{U}/^{238}\text{U}$	0,3	0,3	1,6
	DUPLO - Re 1 - 10 μ g 0,5N HNO ₃	(0,99967)	0,2	0,1	5,7,10
Pu	DUPLO - Re \approx 0,5 μ g 0,5N HNO ₃	$^{239}\text{Pu}/^{240}\text{Pu}$ (2,7561)	0,5	0,3	8,9
B	SIMPLES - To B - 10 μ g FUSÃO DIRETA COM 1 Na ₂ CO ₃	$^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ (25,25)	0,5	0,2	11
	SIMPLES - To H ₃ BO ₃ { 7 - 10 μ g 0,1M NaOH + SACAROSE	$^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ (0,2457)	0,4	0,4	
Li	DUPLO - Re 0,05 - 0,5 μ g Li ₂ CO ₃	$^6\text{Li}/^7\text{Li}$ (0,08137)	0,4	0,2	23
Nd	DUPLO - Re 0,1 - 1 μ g 0,5M HNO ₃	$^{148}\text{Nd}/^{150}\text{Nd}$ (2,1017)	0,2	0,1	8,9
Cd	DUPLO - Re 1 μ g HCl + 0,75M H ₃ PO ₄ + SILICA GEL	$^{119}\text{Cd}/^{110}\text{Cd}$ (0,9649)	0,5	0,3	15,16
Gd	- Re 1 μ g 0,5M HCl + AQUADAG	$^{156}\text{Gd}/^{160}\text{Gd}$ (0,9361)	0,5	0,3	13
	- Re 1 μ g 0,5M HNO ₃ + AQUADAS		0,2	0,02	

TABELA 3 - PROCEDIMENTO DE ANÁLISE ISOTÓPICA

A TÉCNICA DE DILUIÇÃO ISOTÓPICA APLICADA A ESPECTROMETRIA DE MASSA (DIEM)

A técnica de diluição isotópica aplicada à espectrometria de massa tem sido amplamente empregada na determinação de pequenas concentrações de urânio e outros elementos em diversos tipos de matrizes, tais como: combustível nuclear irradiado, amostras geológicas (minérios, rochas, sedimentos de rio, solos), como também em soluções rejeito de processos químicos. Uma breve descrição dos métodos empregados é apresentada nas tabelas 4 e 5.

O princípio da DIEM consiste em adicionar uma quantidade conhecida de solução da amostra a uma quantidade conhecida de uma solução do traçador. Depois de feita a mistura isotópica são realizadas a separação química semi-quantitativa do elemento de interesse, e a medida da composição isotópica. A concentração do nuclídeo (X) em uma amostra pode ser calculada pela fórmula geral [8].

$$X = Y \frac{Wsp}{Wsa} \left[\frac{Mxy - Txy}{1 - Mxy/Sxy} \right]$$

onde :

Y = concentração do nuclídeo y no traçador

Wsp, Wsa = massa da alíquota da solução traçadora e solução amostra, respectivamente.

Mxy, Txy, Sxy = razão isotópica entre os nuclídeos x e y, medidos nas soluções mistura, traçador e amostra, respectivamente.

ELEMENTO	MATRIZ	TRAÇADOR	QUANTIDADE DE AMOSTRA DISSOLUÇÃO SEPARAÇÃO QUÍMICA PRECISÃO	REF
U	AMOSTRA GEOLÓGICA	235U	2 - 1290 ppm U 0,5ml HClO ₄ + 15ml HF CONC. (DEPRESSÃO 120 °C) DOWEX 1 X 8 200-400 MESH (10M HCl + ÁCIDO ASCÓRBICO) 0,9 - 2%	1
		235U + 233U	2 - 9850 ppm U 5ml HNO ₃ CONC. + 10ml HF 40% DOWEX 1 X 8 200-400 MESH 8M HCl DOWEX 1 X 8 200-400 MESH (6M HCl + 7% HI) 1N HCl 0,4 - 0,6%	17 18 19
		233U	4 - 75 ppm U CALCINAÇÃO 450°C 5ml HNO ₃ CONC. + 10ml HF 40% DOWEX 1 X 8 100-200 MESH 6M HCl + ÁCIDO ASCÓRBICO + METANOL 0,5 - 1%	20
		233U	2 - 10 ppm U 10M HCl DOWEX 1 X 8 200-400 MESH 0,1M HCl	13
Li	U ₃ O ₈ GRAU NUCLEAR	6Li	≈ 35 ppm Li 0,5ml HClO ₄ + 15ml HF CONC. (DEPRESSÃO 120°C) AQUECIMENTO PARA ELIMINAR HF 0,1N HCl + METANOL 50% DOWEX 50W (0,1N HCl + METANOL 50%) 0,01N HCl + METANOL 80% 0,1%	14
	Li ₂ CO ₃ PA		≈ 2 ppm Li AQUECIMENTO A SECURA 1N NH ₄ Cl AG 50W X 8 200-400 MESH 1N NH ₄ Cl ≈ 2%	23

TABELA 4 - PROCEDIMENTO DE ANÁLISE DE CONCENTRAÇÃO ISOTÓPICA

ELEMENTO	MATRIZ	TRAÇADOR	TRATAMENTO QUÍMICO QUANTIDADE DE AMOSTRA DISSOLUÇÃO (PRECISÃO)	REF
U	COMBUSTÍVEL NUCLEAR IRRADIADO	^{239}U	$89\mu\text{g } ^{235}\text{U} / \pm 1\mu\text{g } ^{239}\text{Pu}$ 8M HNO_3 + HF CONC. AQUECIMENTO A 80°C SECURA 8M HNO_3 DOWEX 1 X 8 200-400 MESH 4ml, 8M HNO_3 + REJEITO 2ml, 8M HNO_3 + U ($\pm 0,5\%$)	8,9 26
Pu		^{242}Pu	4ml, 8M HNO_3 1ml, 5M HNO_3 0,2ml 0,95M HNO_3 2ml 0,95M HNO_3 + Pu ($\pm 0,8\%$)	
Nd		^{150}Nd	$\pm 0,07\mu\text{g } ^{148}\text{Nd}$ 10ml HCl POWEX 1 X 8 200-400 MESH (U, Pu + RETIDOS PRODUTOS DE FISSÃO, Am. Cm + AQUECIMENTO PARA SECURA 0,05M HCl DOWEX 50W (α -HIBA 0,25M) pH = 4,6 α -HIBA 0,25M, pH = 4,6 ($\pm 1\%$)	27

TABELA 5 - PROCEDIMENTO DE ANÁLISE DE COMBUSTÍVEL NUCLEAR IRRADIADO

MEDIDAS DE QUEIMA DO COMBUSTÍVEL NUCLEAR

A determinação da queima do combustível nuclear foram realizados por meio do método do ^{148}Nd do método do átomo pesado.

Por meio do método do ^{148}Nd o número de fissões ocorridas em uma amostra de combustível nuclear é obtida pela razão entre o número de átomos dos nuclídeos e o seu rendimento de fissão para o ^{235}U [8,27].

O método do átomo pesado inclui medida de quantidade de nuclídeos fissionáveis presente antes e após um período de irradiação. A diferença obtida está relacionada ao número de fissões que ocorreram e consequentemente a porcentagem de átomos fissionados [22].

Para o processamento químico e manuseio das amostras foi instalado um laboratório com "glove boxes" e equipamentos para monitoração e proteção contra a radiação [8].

DETERMINAÇÃO DO FLUXO INTEGRADO DE NEÚTRONS DO REATOR IEAR-1

A determinação do fluxo integrado de neutrons do reator IEAR-1 foi realizado por meio da medida da variação da razão isotópica do cádmio e gadolínio durante um período de irradiação.

O valor médio obtido para a fluência de neutrons apresentou um desvio padrão de 15%, enquanto que o valor médio calculado usando a variação na razão $^{158}\text{Gd}/^{157}\text{Gd}$ mostrou um des

vio padrão de cerca de 5%. Os valores de fluência calculados pelo dois métodos são concordantes dentro de 10% de erro [15,16].

PARTICIPAÇÃO EM PROGRAMAS DE INTERCOMPARAÇÃO

O grupo de Caracterização Isotópica tem participado de diversos programas de intercomparação de medidas visando a avaliação da qualidade das metodologias empregadas. A participação no "Programa IDA-80 de Avaliação de Medidas em Análises de Urânio e Plutônio por Meio da Técnica da Diluição Isotópica Aplicada a Espectrometria de Massa" [24], organizado pelo Kernforschungszentrum Karlsruhe (KFK), Alemanha, e pela Central Bureau for Nuclear Measurements (CBNM), Bélgica, teve como objetivo a avaliação das metodologias empregadas para a determinação da concentração e composição isotópica de urânio e plutônio em amostras de combustíveis nucleares irradiados. Os resultados de composição isotópica e de concentração de U e Pu mostraram uma concordância de cerca de 2% para os isotópos minoritários (^{234}U , ^{238}Pu) e de cerca de 0,03% para ^{238}U , e de 0,3% para ^{239}Pu .

A participação no programa de intercomparação de medidas organizado pela Agência Internacional de Energia Atômica, sob a denominação AQCS 1990, proporcionou a oportunidade de avaliação da metodologia empregada na determinação de teores de urânio a nível de traços em materiais geológicos. A avaliação das medidas mostraram uma concordância de 4 a 14%, para o intervalo de concentração de 16 a 57ppm, com os valores de referência [25].

REFERÊNCIAS

- [1] Kakazu, M.H.; Sato, K.; Moraes, N. M. P.; Shihomatsu, H.M.; Iyer, S.S.S.; Precisão e exatidão na análise isotópica de urânio com espectrômetro de massa termoiônico - aquisição de dados com microcomputador. Anais do 19 Encontro Latino Americano de Espectrometria de Massas. Rio de Janeiro, 20 e 21 de Março, 1986.
- [2] Kakazu, M.H. Otimização da Emissão Termoiônica e Determinação de Urânio a Nível de Traços em Rochas pela Técnica de Espectrometria de Massa - Diluição Isotópica - Dissertação IPEN-1980.
- [3] Moura, S.C.; Bustillos, J.O.V. Método de Coleta do Gás Hexafluoreto de Urânio. XXXI Congresso Brasileiro de Química, Rio de Janeiro, 15/10/1990.
- [4] Gramlich, J.W.; Shideler, R.W. NBS Technical Note 1154, page 15, 1982.
- [5] Moraes, N.M. P. Análise Isotópicas de Urânio por Espectrometria de Massa Termoiônica. IEA-DT-115.
- [6] Kakazu, M. H; Moraes, N.M.P.; Rodrigues, C.; Iyer, S.S.S. Anal. Chim. Acta 132(1981) 209.
- [7] Imakuma, K. et al Jour, Nucl. Mat. 153. (1988), 70-81.
- [8] Sarkis, J.E.S. Determinação da Queima em Combustíveis Nucleares Irrradiados pelo Método do Produto Estável de Fissão ^{148}Nd Dissertação IPEN-1982.
- [9] Sarkis, J.E.S. Aplicação da Técnica de Correlação Isotópica para Determinação da Concentração dos Nuclídeos ^{241}Am e ^{243}Am em Combustíveis Nucleares Irrradiados-Tese IPEN 1990.
- [10] Kakazu, M.H.; Sarkis, J.E.S. Determinação da Composição Isotópica de Urânio em Compostos de Urânio de Grau Nuclear - Procedimento IPEN-QI-038.
- [11] Kakazu, M.H.; Sarkis, J.E.S. Determinação da Composição Isotópica de Boro em Carbonato de Boro de Grau Nuclear - Procedimento IPEN-QI-039.
- [12] Kakazu, M.H.; Sarkis, J.E.S. Determinação da Composição Isotópica de Boro em Ácido Bórico e Boro de Grau Nuclear - Procedimento IPEN-QI-040.
- [13] Sarkis, J.E.S.; Kakazu, M.H.; Souza, I. M. S.; Ulrich, J.C. Grupo de Caracterização Isotópica - 1987-1989, relatório GCI/1989
- [14] Cegala, M.A. Determinação da Abundância Isotópica e Concentração de Lítio por Espectrometria de Massa Termoiônica - Dissertação IPEN-1982.
- [15] Tomiyoshi, I.A. Determinação do Fluxo de Nêutrons por Meio de Medidas de Razão Isotópica de Cd e Gd - Dissertação IPEN-1982.
- [16] Tomiyoshi, I.A.; Iyer, S.S.S.; Rodrigues, C. Nuclear, Inst. and Meth. in Physics Research - 233(1984) 137-140.
- [17] Shihomatsu, H.M. Aplicação da Técnica de Diluição Isotópica por Espectrometria de Massa e Alfa na Determinação de Urânio e Avaliação da sua Distribuição em Materiais Geológicos - Dissertação IPEN-1987.
- [18] Shihomatsu, H.M.; Kakazu, M.H.; Iyer, S. S.S. Isotopenpraxis - 23 (1987), 1,5, 35-37.
- [19] Shihomatsu, H.M.; Iyer, S.S.S. Pub. IPEN-230, Dezembro/1988.
- [20] Shihomatsu, H.M.; Iyer, S.S.S. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, 1280 (1989) 488-491.
- [21] Sarkis, J.E.S.; Kakazu, M.H.; Albignente, H.; Martinez, L.V. Separación Química y Analisis de Urânio en Muestras Geológicas Sedimentos de Rio por Espectrometria de Masas, Nucliotecnica, Ano 11, n.20 (Abril 1991), pgs. 39-44.
- [22] Tadei, J.F. A.C. Medidas de Percentagem Atômica de Fissão do U-235 por Espectrometria de Massa Termoiônica - IEA-DT-128, Maio 1979.
- [23] Kakazu, M.H.; Sarkis, J.E.S. Análises Isotópicas de Lítio por Espectrometria de Massa Termoiônica - Pub. IPEN-334; Abril 1991.
- [24] Beyrich, W.; Golly, W.; Spannagel, G.; De Bievre, P.; Wolters, W. The IDA-80 Measurement Evaluation Programme on Mass Spectrometric Isotope Dilution Analysis of Uranium and Plutonium. KFK 3760, EUR 7990e. Dec. 1984.
- [25] Kakazu, M.H.; Sarkis, J.E.S.; Figueiredo, A.M.G.; Armelin, M.J.A. Determinação de Urânio e Tório em Amostras Geológicas pelas Técnicas de Espectrometria de Massa e Análise por Ativação com Nêutrons. Neste Congresso.
- [26] Sarkis, J.E.S.; Rodrigues, C. Determinação de Concentração de Urânio e Plutônio em Combustíveis nucleares irradiados por Meio da Técnica de Diluição Isotópica Aplicada à Espectrometria de Massa. Neste Congresso.

[27] Sarkis, J.E.S.; Rodrigues, C. Determinação da Queima de Combustíveis Nucleares Irrradiados pelo Método do Produto Estável de Fissão ^{148}Nd . Neste Congresso.

SUMMARY

This paper presents a review of the various mass spectrometric methods developed at IPEN. Our efforts in the field of thermal ionization mass spectrometry can be divided in three general areas : measurements of isotopic composition, determination of elements concentration by isotope dilution technique and measurements of nuclear parameters.