



22 a 27 de abril de 1990

ANAIS - PROCEEDINGS

DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DE  $^{134}\text{Cs}$ ,  $^{137}\text{Cs}$  E  $^{40}\text{K}$  EM AMOSTRAS DE SEDIMENTO E LEITE EM PÓ PARA UMA INTERCOMPARAÇÃO INTERNACIONAL DA AGÊNCIA INTERNACIONAL DE ENERGIA ATÔMICA.

Luzia Venturini  
Brigitte Roxana Soreanu Pecequilo

COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR  
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES  
DIVISÃO DE MONITORAÇÃO AMBIENTAL  
CAIXA POSTAL 11049 (Pinheiros)  
05499 - SÃO PAULO - SP - BRASIL.

#### SUMÁRIO

Para esta intercomparação foram realizadas análises, por espectrometria gama, em uma amostra de sedimento marinho (IAEA-306) e em duas amostras de leite em pó (IAEA-321 e amostra referência). O sistema de detecção utilizado consiste de um sistema eletrônico convencional associado a um detector HPGe de eficiência 15%. As geometrias de contagem utilizadas foram as de frascos de polietileno de 100 mL e 200 mL, com tampa. As curvas de eficiência foram calculadas a partir de padrões preparados a partir de sedimento de fundo de rio e leite em pó locais aos quais foram misturadas soluções radioativas calibradas.

#### ABSTRACT

In order to participate of an intercomparison, samples of marine sediment (IAEA-306) and of powdered milk (IAEA-321 and reference sample) were analyzed by gamma-ray spectrometry. The detection system used included a 15% efficiency HPGe detector coupled to a standard electronic system. Polyethylene beakers of 100 mL and 200 mL were the counting geometry used. The efficiency curves were calculated by using standards made by mixing local powdered milk and river sediment with calibrated radioactive solutions.

## INTRODUÇÃO

O objetivo de se participar de uma intercomparação é avaliar os resultados obtidos em todo um procedimento de análise ou em parte do mesmo. Na espectrometria gama, partindo-se de amostras para as quais os procedimentos de coleta e de preparo são seguramente corretos e de um sistema de detecção de boa qualidade e confiável, é necessário que se realize com cuidado o cálculo da curva de eficiência e a análise de dados.

No que se refere à análise de dados, existe na literatura uma série de programas de computador cuja qualidade já foi testada e cujos resultados são confiáveis desde que seus parâmetros de entrada sejam corretamente escolhidos. De qualquer forma quaisquer resultados obtidos devem ser verificados no sentido de que as condições para as quais o programa foi escrito sejam as mesmas apresentadas pelo espectro analisado. Isto é, um programa de computador é um modelo proposto para simular a resposta de um sistema de medidas, e um espectro, dependendo da fonte de radiação medida pode apresentar desvios de modelo proposto. Desse modo, os parâmetros de entrada do programa devem ser bem escolhidos e principalmente definidos para a região do espectro de maior interesse. A escolha dos parâmetros de entrada pode ser feita de mais de um modo. Nós acreditamos que tais parâmetros devem ser escolhidos de modo que as áreas dos picos calculadas pelo programa, dentro do erro estatístico, sejam iguais às calculadas pelo método que consideramos mais confiável porém inviável para a rotina, que é o cálculo manual.

Na análise dos nossos espectros, utilizamos o programa SAMPO[1], calibrado de acordo com estes princípios.

O procedimento utilizado para o cálculo da curva de eficiência será descrito a seguir.

As amostras com as quais participamos das intercomparações são as seguintes: amostras de sedimento de fundo do Mar Báltico, identificadas por IAEA-306 e duas amostras de leite em pó, identificadas por IAEA-321 e amostra referência. Para a primeira amostra determinamos a concentração de Cs-134 e Cs-137. Para as duas últimas determinamos também a concentração de K-40.

## CURVAS DE EFICIÊNCIA

O sistema de detecção utilizado consiste de um sistema eletrônico convencional (módulos ORTEC) associado a um detector HPGe de eficiência 15%. A saída de dados do multicanal (CANBERRA Series 35 Plus) se dá na comunicação serial com um microcomputador da linha PCXT que funciona como interface entre o analisador multicanal e o computador IBM 4341 do Centro de Processamento de Dados, onde o espectro medido é analisado pelo programa SAMPO. O sistema de detecção opera na faixa de energia de 40 keV até 3 MeV. A geometria de contagem foi a de frascos de polietileno com tampa, de 100 mL para a amostra de sedimento e de 200 mL para a amostra de leite em pó.

As curvas de eficiência foram calculadas para a faixa de energia de 59 keV até 1,88 MeV em função das energias das transições gama das soluções radioativas calibradas disponíveis .

Foram preparados 3 coquetéis de soluções radioativas calibradas: Am-241 + Cd-109 + Cs-137; Ce-139 + Ba-133 + Y-88 e Co-57 + Cs-134 + Co-60. Com estas soluções foram preparados 6 padrões de calibração : 3 para o leite em pó e 3 para o sedimento.

O preparo de 3 padrões em lugar de um único padrão com 9 radionuclídeos apresenta algumas vantagens:

- 1) permite separar melhor as linhas no espectro evitando tanto quanto possível a interferência do efeito Compton de algumas linhas sobre outras e torna o espectro menos complexo facilitando a análise do mesmo;
- 2) torna menos severas as limitações das atividades em termos das características do sistema , tais como empilhamento e tempo morto e portanto permite melhores estatísticas de contagem e níveis de radiação de fundo mais baixos. Por outro lado pode acarretar outras fontes de erro tais como diferenças de homogeneidade e de perda de atividade durante o preparo dos padrões. Os coquetéis e padrões foram preparados seguindo os procedimentos químicos normais.

No caso do leite em pó, os coquetéis foram pipetados em amostras de leite em pó local, sendo obtidos 3 padrões de calibração, cada um deles com massa igual a 122 g.

Para o sedimento marítimo, os coquetéis foram pipetados em uma mistura de sedimento de fundo de rio e leite em pó locais. A mistura foi escolhida de modo a simular densidade (geometria) e auto-absorção da amostra. Neste caso a massa de cada padrão foi de 79 g.

Com os pontos experimentais da curva de eficiência foram definidas duas regiões :  $59 \text{ keV} \leq E \leq 165 \text{ keV}$  e  $135 \text{ keV} \leq E \leq 1,9 \text{ MeV}$ . A região comum às duas curvas corresponde à faixa de energia para a qual a eficiência é máxima. Esta divisão foi feita porque no caso do detector HPGe, o pico da curva de eficiência é muito pronunciado e a curva de eficiência inteira não pode ser descrita pela função analítica usada para descrever a curva de eficiência na região de energias mais altas, que é a região de interesse. No entanto, a mesma função pode descrever as duas regiões em separado sendo esta a solução mais simples neste caso.

A função escolhida para descrever a curva de eficiência é do tipo  $\ln(\epsilon) = a_0 + a_1 \ln E + a_2 (\ln E)^2$ , onde  $\epsilon$  = eficiência e  $E$  = energia. Os pontos experimentais foram ajustados pelo Método dos Mínimos Quadrados.

## RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Foram realizadas três medidas de cada uma das amostras, sendo

que para cada uma delas o tempo de contagem foi igual a 50.000 segundos.

Para as amostras de leite em pó, a geometria de contagem foi a de um frasco de polietileno, com tampa, de 200 mL, com 122 g de amostra, correspondente ao peso seco de  $114,8 \pm 1,8$  g.

Para o sedimento, foi utilizado um frasco de polietileno de 100 mL, com tampa, com 78,9 g de sedimento, correspondente ao peso seco de  $76,7 \pm 1,0$  g.

As atividades foram calculadas de acordo com a relação :

$$A_{\phi} = \frac{A e^{\lambda t_e}}{m \cdot \epsilon \cdot t \cdot I}$$

onde

$A_{\phi}$  = atividade em Bq/kg-seco

A = área do pico da transição gama

$\lambda$  = constante de decaimento do radionuclídeo considerado

m = peso seco (kg)

t = tempo de contagem (s)

I = intensidade da transição gama

$\epsilon$  = eficiência do sistema para a energia considerada

$t_e$  = tempo de espera, isto é, o tempo decorrido entre o momento da medida e o tempo de referência para o qual a atividade é calculada

Os dados nucleares utilizados nestes cálculos foram obtidos da referência [2].

A tabela abaixo apresenta a média das atividades encontradas (Bq/kg-seco) para cada amostra. Além dos erros estatísticos das medidas, os resultados incluem um erro sistemático de 5,5%.

	IAEA-306	IAEA-321	LEITE-REFERÊNCIA
$^{137}\text{Cs}$	195,6 $\pm$ 6,9	73,8 $\pm$ 2,4	2206 $\pm$ 83
$^{134}\text{Cs}$	50,6 $\pm$ 1,9	16,7 $\pm$ 0,6	768 $\pm$ 28
$^{40}\text{K}$	*	563 $\pm$ 24	523 $\pm$ 25

\* não foi determinado.

## CONCLUSÃO

Até o momento não foram publicados os resultados destas intercomparações de modo que não é possível realizar uma avaliação

dos resultados. A partir dos resultados de intercomparação pode remos avaliar o nosso procedimento de calibração do sistema, no caso do leite em pó. No caso do sedimento esperamos confirmar que o procedimento de simulação da densidade e auto-absorção não incorpora em erros maiores do que os esperados em análise de rotina.

**REFERÊNCIAS :**

- [1]. ROUTTI, J.T. - SAMPO, a FORTRAN IV program for computer analysis of gamma spectra from Ge(Li) detectors and for other spectra with peaks. Berkeley, Calif., Univ. California, Oct.1969 (UCRL-19452).
- [2]. LORENZ, A. - Decay data for radionuclides used as calibration standards.  
IN: Technical Report Series nº 227. Nuclear Data Standards for Nuclear Measurements. IAEA,Vienna,1983.