

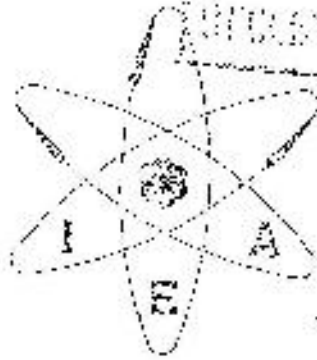
I A
 E

**ANÁLISES POR ATIVAÇÃO LEVADAS
A EFEITO COM O REATOR DE PISCINA DO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA—PARTE II**

**uso da técnica de espectrometria de raios
gama**

F.W. Lima, A. Abrão, C. Pagano e L. Tognoli

**Publicação IEA—No 39
1961**



DOCUMENTO N.º 124
DATA: 10/11/61



**ANÁLISES POR ATIVAÇÃO LEVADAS A EFEITO COM
O REATOR DE PISCINÁ DO INSTITUTO DE ENERGIA
ATÔMICA — PARTE II**

USO DA TÉCNICA DE ESPECTROMETRIA DE RAIOS GAMA

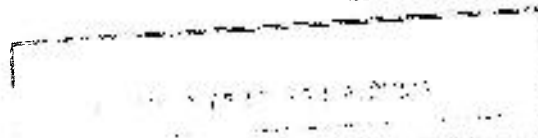
F. W. LIMA, A. ABRÃO, C. PAGANO e L. TOGNOLI

Publicação I E A — N.º

39

1961

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal 11049 (Pinheiros)
CIDADE UNIVERSITÁRIA "ARMANDO DE SALLES OLIVEIRA"
SÃO PAULO — BRASIL





ANÁLISES POR ATIVAÇÃO LEVADA A EFEITO COM O REATOR
DE PISCINA DO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA - PARTE II x
USO DA TÉCNICA DE SPECTROMETRIA DE RAIOS GAMA

F.W. Lima, A. Abrão, C. Pagano e L. Tognoli

PUBLICAÇÃO I.E.A. - Nº 39

1960

x Publicado nos Anais da Associação Brasileira de Química - XIX
pag. 41, 1960.

[Contribuição da Divisão de Radioquímica, do Instituto de Energia Atômica, C. P. 11049 (Pinheiros), São Paulo]

ANÁLISES POR ATIVAÇÃO LEVADAS A EFEITO COM O
REATOR DE PISCINA DO INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
— PARTE II

USO DA TÉCNICA DE ESPECTROMETRIA DE RAIOS GAMA *

Fausto W. Lima, A. Abrão, Constança Pagano, Laura Tognoli

INTRODUÇÃO

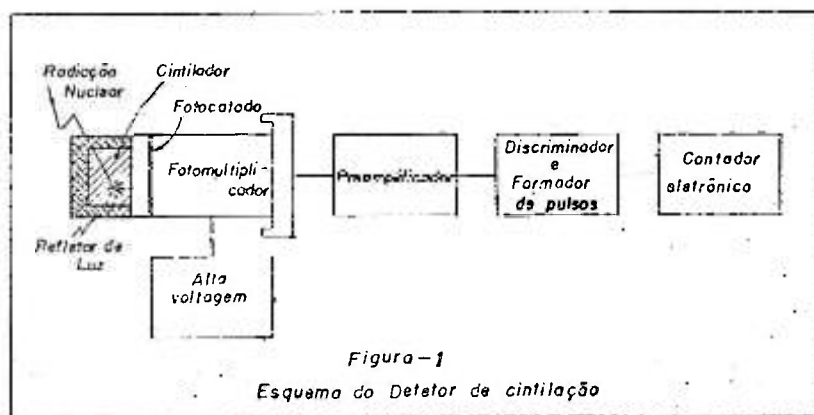
Os espectrômetros de cintilação para raios gama têm tido larga aplicação nos últimos anos, sendo as maiores vantagens, na análise de radioisótopos gama-emissores, a rapidez do método, especificidade e, de um certo modo, simplicidade.

O espectrômetro de cintilação para raios gama é usado para analisar espectros gama de radioisótopos de um modo análogo à análise espectrográfica por emissão. A unidade necessária para detecção da radiação gama emitida pelo rádio elemento em estudo é, em geral, formada por um cristal de iodeto de sódio ativado com tálio.

É sabido que um dos métodos mais antigos usado para detecção de radiações nucleares era o uso de cintilações produzidas em fósforos, sendo que Rutherford usara esta técnica para detectar partículas alfa nas suas experiências sobre "scattering". Embora os princípios básicos permaneçam os mesmos as técnicas usadas mudaram grandemente e provavelmente a maior diferença nas técnicas é que, presentemente, usam-se válvulas fotomultiplicadoras para registrar os efeitos nucleares em vez de olhar através de microscópios. O desenvolvimento de detectores de cintilação foi começado por Coltman e Marshall¹, em 1947. Após 1947 os cintiladores tornaram-se um dos instrumentos mais versáteis para detecção de radiações nucleares, sendo especialmente úteis no caso em que se necessita contadores com tempo de resolução

* Trabalho apresentado ao XIII Congresso Brasileiro de Química, Salvador, Bahia, 4-11 de novembro de 1958.

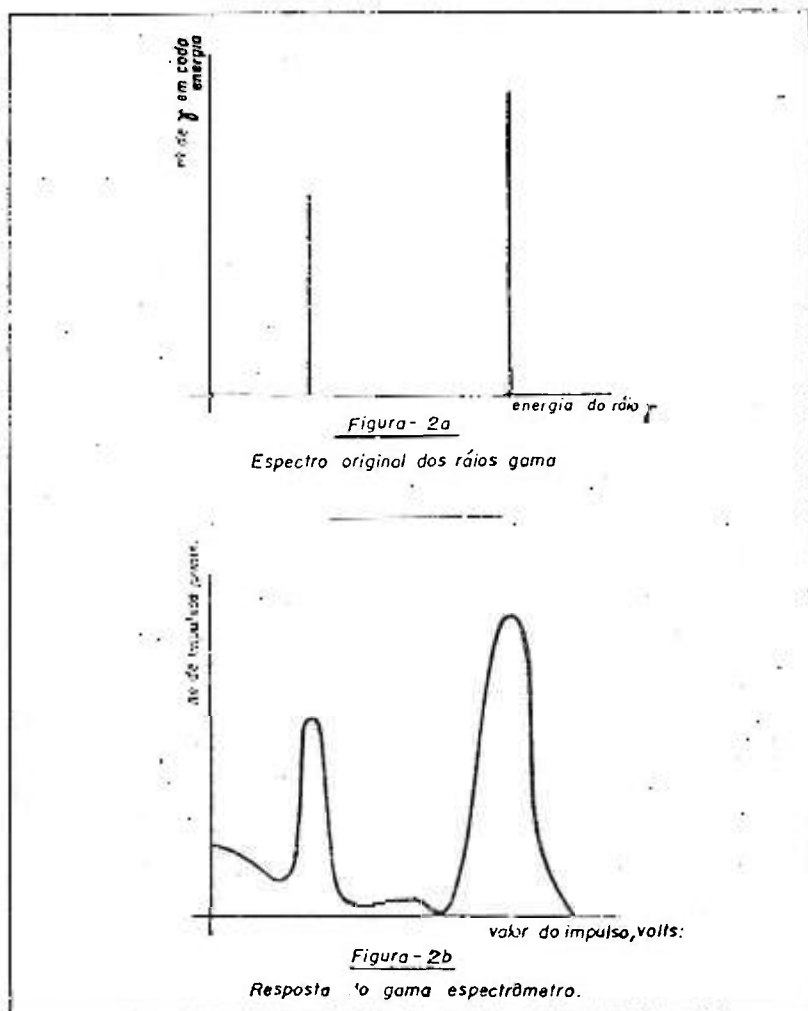
muito curto e para serem usados com amostras de alta atividade. Comparados aos contadores Geiger Müller os cintiladores têm a vantagem de possibilitarem a determinação de atividades extremamente altas, de terem um tempo de resolução menor do que os Geiger Müller, ter eficiência alta para detecção de raios gama, poder distinguir entre tipos de radiações, e de ter uma variedade grande no que diz respeito a tamanho e forma. Por outro lado são mais caros que os contadores Geiger Müller e exigem uma regulação de voltagem mais rigorosa do que os Geigers, os quais apresentam menor dependência na determinação das atividades no que diz respeito à voltagem aplicada ao contador.



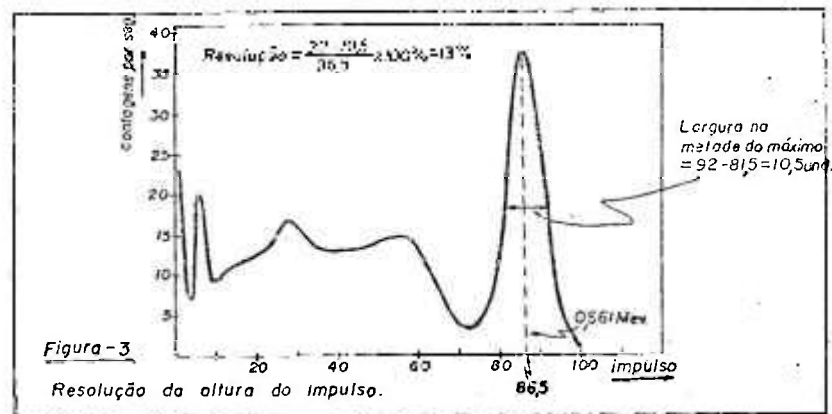
Na figura 1 está o esquema de um detector de cintilação usado num sistema de contagem. A partícula nuclear ou radiação nuclear produz um ponto luminoso no cintilador sendo que a resposta do cintilador será maior ou menor, dependendo da energia da radiação. Por meio de um refletor uma grande parte da luz é transmitida então ao catodo de uma válvula fotomultiplicadora. Os elétrons emitidos no catodo são multiplicados várias vezes por meio da parte eletromultiplicadora da válvula e o impulso de corrente produz um impulso de voltagem na entrada de um preamplificador. Este impulso passa através de um discriminador e formador de onda e é registrado em seguida por um circuito eletrônico ("scaler", por exemplo). Os raios gama emitidos pelo radioisótopo podem ter um ou mais valores de ener-

gias, sendo todos êles discretos. Supondo-se, por exemplo, que o elemento radioativo está emitindo dois raios gama e que esta emissão não é simultânea no tempo, se se fizer um gráfico do número de raios gama "versus" a energia do gama, êste gráfico conteria duas linhas, conforme indica a figura 2a. Um espectrômetro ideal reproduziria na sua saída, numa escala de energia, as mesmas duas linhas estreitas. Infelizmente, entretanto, êste não é o caso pois que vários outros fatores intervêm de modo a modificar o tamanho real do impulso produzido. Assim é que, o cristal não sendo absolutamente homogêneo, existem variações na reflexão da luz, podendo resultar numa ligeira diferença entre os fons produzidos e os incidentes no fotocatodo da válvula fotomultiplicadora. Isso seria produzir impulsos com variações nos tamanhos, dependendo do lugar no cristal onde a interação com o raio gama ocorreu. Da mesma maneira uma falta de homogeneidade na emissão do fotocatodo resultará em impulsos de tamanhos diferentes dependendo em que secção do catodo a luz incidiu. Finalmente a amplificação do impulso pelo circuito eletrônico completo e pela válvula fotomultiplicadora terá como resultado um alargamento no valor do impulso especialmente levando em conta que a amplificação na fotomultiplicadora é devida à emissão secundária nos dinodos e portanto está sujeita a flutuações idênticas associadas com os pequenos números. O resultado que se obtém, como resposta dos sinais correspondentes à figura 2a, é o apresentado na figura 2b. Quanto mais perfeito fôr o espectrômetro de cintilação maior semelhança existirá entre o espectro original do raio gama (figura 2a) e a resposta obtida do espectrômetro (figura 2b).

Para evitar o registro, pelo aparelho contador, de todos os raios gama emitidos por um radioisótopo, entre o amplificador e o aparelho contador (Scaler, por exemplo) é colocado um analisador de impulsos. Êste analisador de impulsos permitirá a passagem, para o contador, de impulsos compreendidos entre dois valores predeterminados os quais correspondem a dois valores de energia dos raios gama e dessa maneira apenas os raios gama com energias compreendidas entre aquêles números serão registrados pelo aparelho contador. A diferença entre êstes dois limites de energia, o superior e o inferior, consitui o que se chama



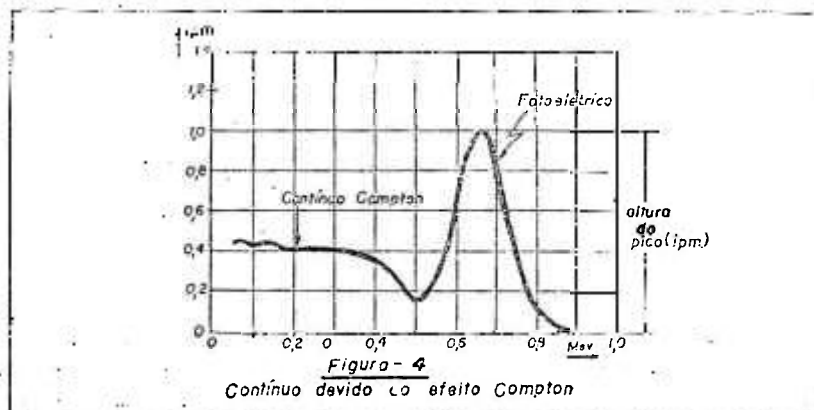
a largura de "janela" do espectrômetro. Esta "janela" pode ser deslocada ao longo da escala de energia dos raios gama e assim obtém-se, para cada valor de energia, uma atividade no aparelho registrado; construindo-se um gráfico de atividades "versus" energia faz-se o que se chama a "varredura" (scanning) do espectro de energia. Os vários máximos obtidos nas várias energias são denominados os "picos" (peaks) naquelas energias; um gráfico obtido como consequência dessa varredura tem o aspecto apresentado na figura 3.



O que se mede no espectro de raios gama depende da resolução do espectrômetro ou seja da habilidade do aparelho registrar uma energia específica com um mínimo de alargamento no valor do impulso. A resolução é definida como a relação entre a largura do pico no meio da altura máxima e a energia correspondente à altura máxima do pico, relação essa expressa em porcentagem. Para efeito de exemplo apresenta-se o cálculo da resolução para o pico da fig. 3. Nesta figura, para um pico correspondente a um raio gama de energia 0,661 Mev tem-se que o máximo da curva está no ponto correspondente a 86,5 unidades; a variação no número de impulsos por unidade de tempo, em função da energia é tal que a 81,5 unidades de energia correspondem metade da atividade máxima, o mesmo acontecendo a 92 unidades de energia. A largura do pico na metade da altura é portanto a diferença entre esses dois valores, isto é, 10,5 unidades, e a resolução é então $(10,5/86,5)100$, o que dá 13%. Do modo que foi definida a resolução, tem-se que a mesma será maior para raios gama de energias menores pois a energia correspondente ao pico é o denominador na relação de definição.

Os ftons correspondentes à emissão gama interagem com o cristal de acordo com vários processos: efeito foto-elétrico, efeito Compton e produção de par. No efeito foto-elétrico há a produção de elétrons de energia igual àquela do raio gama original e resulta daí uma resposta no espectrômetro proporcional à energia do raio gama incidente. No efeito Compton há a produção de elétrons cujas energias variam desde zero até valores próximos

co da energia do raio gama. A distribuição de impulsos de electrons Compton para o caso dos gama emitidos pelo césio-137 está na figura 4.



A determinação quantitativa do elemento gama emissor é possível porque a área compreendida entre a curva do fotopico e o eixo das abcissas, isto é, o eixo das energias, é diretamente relacionado com o número de fons emitidos por unidade de tempo e que sofrem interações com o cristal. Esta área, expressa em impulsos por minuto, pode ser obtida de $A = \int r dE$ ou então aproximadamente $A = \sum r \Delta E$ em que r é o número de impulsos por minuto e por largura de janela e ΔE o acréscimo de energia correspondente à largura da janela. É possível uma simplificação para o cálculo da área em virtude de que a forma da curva do foto-pico aproxima-se razoavelmente de uma curva normal de erro de Gauss. Assim a área é dada por $A = S r(\max) \hat{r}_0$ em que $r(\max)$ é a altura máxima do fotopico em impulsos por minuto, \hat{r}_0 é a largura da curva medida na metade da altura máxima em unidades de largura de janela, e $S = 1,07$ e obtém-se de uma tabela da curva normal de erros, isto é, $S = 1/2$ (ordenada em $t = 0$) (t no meio da ordenada máxima) em que t são as abcissas da curva de erro.

Identificação de gama emissores

A utilidade do espectrômetro de raios gama em identificar radionuclídeos gama emissores em uma mistura é baseada na

observação de que a energia correspondente ao fotopico de um radioisótopo gama emissor pode caracterizar este radioisótopo ou, pelo menos, limitar a possibilidade de identificação a alguns poucos casos. Praticamente faz-se a determinação usando o circuito eletrônico discriminador de tal forma que apenas raios gama de energias superiores a um certo valor e de energias inferiores a outro valor (sendo a diferença dessas energias a largura da "janela") possam passar para o circuito registrador (um "scaler", por exemplo). Dessa maneira faz-se uma determinação da atividade com esta largura de janela a qual limita o registro das energias dos raios gama a serem superiores a um valor mínimo e inferiores a um valor máximo. Desloca-se em seguida esses dois valores, isto é, o mínimo é aumentado de uma certa grandeza e o máximo da mesma quantidade o que corresponde a deslocar a janela no espectro de raios gama emitidos pelo elemento em estudo. Dessa maneira pode-se construir ponto por ponto uma curva a qual traz em ordenadas a atividade em impulsos por minuto e em abscissas o valor da energia do gama correspondente e que dá aquela atividade registrada na ordenada. O aspecto da curva é então o já visto nas figuras 2B, 3 e 4. Continuando-se o deslocamento da janela ao longo da escala de energia, obtêm-se os demais picos correspondentes às energias dos demais gamas do mesmo elemento, se for o caso de um elemento com mais do que um gama, ou dois gamas de outros elementos. A análise qualitativa pode então ser feita com razoável precisão, verificando-se após a varredura, em que a energia está o máximo da curva de cada fotopico e procurando-se os isótopos cuja presença se espera ou suspeita que tenham energia de seus gamas iguais àquela da correspondente ao fotopico. Pode-se ainda manter a janela na posição correspondente ao fotopico do elemento procurado e efetuar-se uma determinação da atividade, naquele ponto, em função do tempo, determinando-se então a meia vida, fornecendo, assim, esta determinação, um segundo critério de identificação. Ainda em se supondo que aquele fotopico corresponde a um determinado isótopo de um dado elemento pelo valor da energia correspondente e pela determinação de meia vida no fotopico, pode-se juntar à amostra uma certa quantidade do mesmo isótopo, cuja presença se sus-

peita. Se realmente se trata d'êste isótopo, obtém-se naquelo mesma posição da janela, isto é, naquelo mesmo fotopico, um aumento da atividade. A associação d'êsses três critérios, isto é, o valor da energia do raio gama no fotopico, a meia vida no fotopico e o aumento da atividade obtida quando se junta o isótopo de presença possível, constituem elementos, em geral, suficientes para a identificação em questão.

No caso de uma análise quantitativa, quando se tem por exemplo três ou mais elementos, a determinação das áreas de cada fotopico nem sempre permite o cálculo simples das quantidades de elementos presentes; isto em virtude de que a contribuição da parte contínua devida ao efeito Compton do isótopo de energia mais alta, que tôdas as presentes, interfere com a medida das áreas dos fotopicos correspondentes a energias mais baixas. É necessário o conhecimento d'êsse contínuo devido ao efeito Compton do isótopo de energia mais alta para então subtrair êste valor da altura do fotopico, tem-se então, a grandeza r máx. já mencionada. Existem dispositivos experimentais em que se associa dois cristais, em geral um de iodeto de sódio e outro de antraceno, e circuitos eletrônicos convenientes que efetuam a subtração eletronicamente. Peirson^{2,3}, descreve, em detalhe, tais circuitos e o arranjo de dois cintilômetros.

Utilizando os princípios descritos neste capítulo e na introdução, foi possível efetuar-se várias análises, na Divisão de Radioquímica do Instituto de Energia Atômica, aplicando-se a técnica de radioativação já descrita¹, associada às medidas de gama espectroscopia. A composição qualitativa de impurezas em grafite considerada altamente pura e grafite nacional de caráter comercial, foi feita; nas mesmas amostras foi dosado, quantitativamente, o sódio, pela associação dos dois métodos acima mencionados. Foram também feitas análises quantitativas de minério de ouro irradiando-se o minério e traçando-se a curva do fotopico na energia correspondente ao isótopo ouro-198, sem a necessidade de separação química. Também foram dosadas pequenas quantidades de urânio existentes nas resinas do sistema de purificação de água da piscina do reator, urânio êste proveniente de contaminação externa dos elementos combustíveis quando os mesmos foram manipulados, pois que as mesmas máquinas que trabalha-

ram a liga de urânio e alumínio foram usadas posteriormente ao se fechar esta liga no "cladding" de alumínio. No mesmo minério de ouro foi ainda analisado qualitativamente, urânio, sendo que o processo e a técnica adotados serão descritos logo após. Finalmente, para acompanhar processos de separação de háfnio e zircônio que vêm sendo estudados na Divisão de Radioquímica, foram feitas análises de óxido de zircônio comercial, quimicamente puro, e de óxido de zircônio purificado pelo prof. Oscar Bergstrom Lourenço⁵.

TABELA I

Características nucleares dos isótopos de háfnio e zircônio de interesse em análise por radioativação

Isótopo Natural	Seção de Choque (barns)	Isótopo formado	Energia dos principais, Mev
Hf ¹⁷⁷ (0,18%)	1000	Hf ¹⁷⁵ , 70 d	0,342 - 0,113 - 0,089
Hf ¹⁸⁰ (35,2%)	10	Hf ¹⁸¹ , 46 d	0,133 - 0,611
Zr ⁹⁴ (17,4%)	0,1	Zr ⁹⁵ , 65 d	0,721

PARTE EXPERIMENTAL

1. Análise de háfnio em zircônio

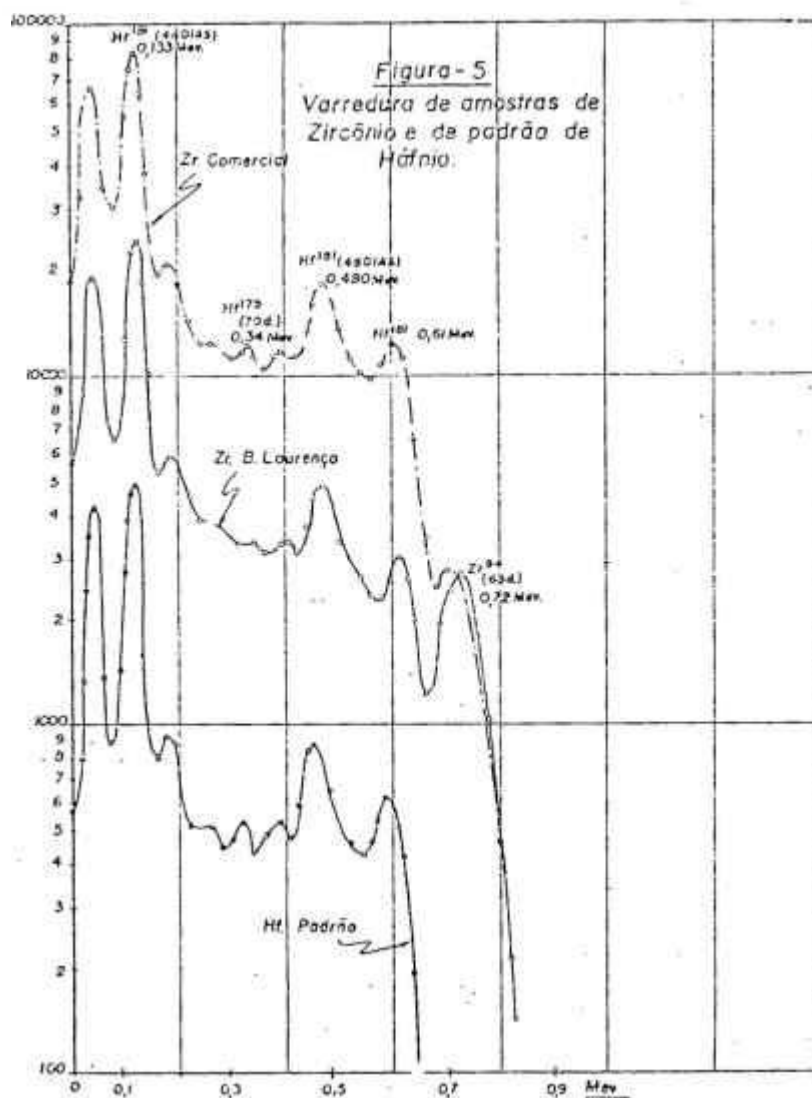
Para o estudo das constantes de equilíbrio de háfnio e zircônio com verseno foi necessária a determinação prévia da porcentagem de háfnio existente no zircônio a ser usado nas experiências. Usou-se zircônio comercial, quimicamente puro, na forma de cloreto de zirconila e de origem inglesa; analisou-se ainda o cloreto de zirconila mencionado antes e doado pelo prof. Bergstrom Lourenço. Para padrão do háfnio usou-se óxido de háfnio, Johnson Mathey, 98% puro. Foram pesadas 4,5 mg de

óxido de háfnio, 0,5015 gramas de cloreto de zirconila nacional e 0,5149 gramas de cloreto de zirconila de origem inglesa. As amostras foram irradiadas no mesmo fluxo do reator, por ter de irradiação de cerca de cinco horas, sendo que nas várias experiências a potência do reator variou entre 10 e 100 Kw, o que corresponde a uma variação no fluxo de 10^{11} a 10^{13} neutrons segundo por centímetro quadrado.

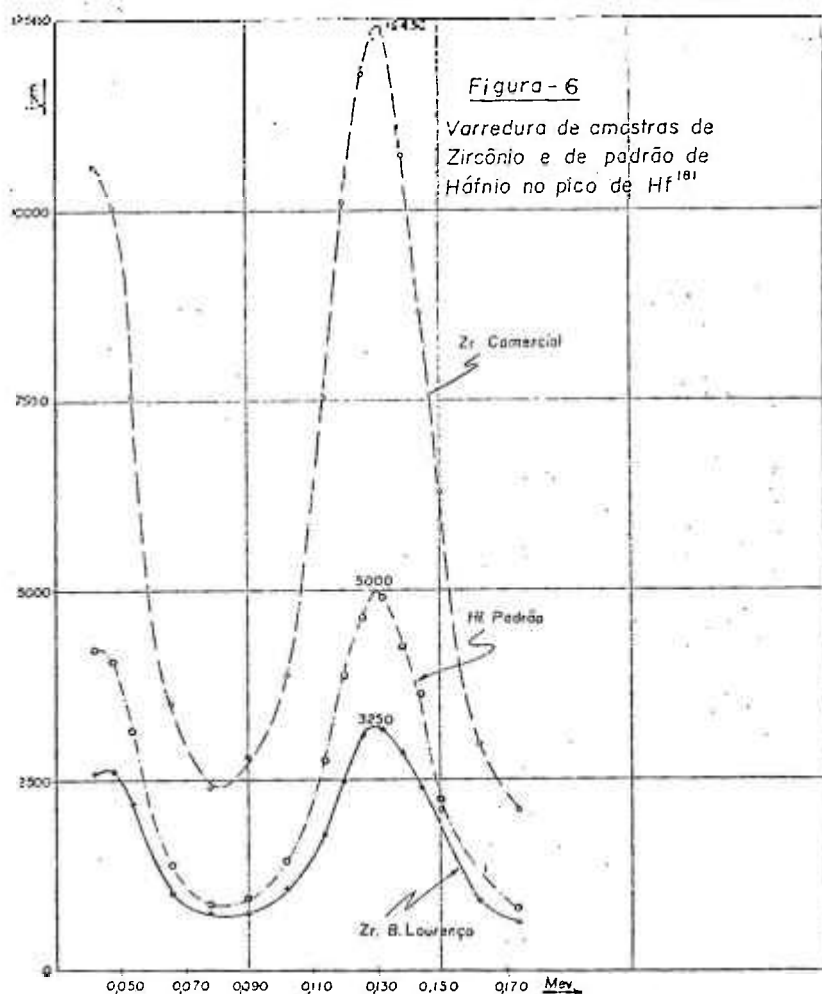
Na tabela I constam algumas características nucleares e porcentagens dos vários isótopos de háfnio e zircônio que interessam na determinação. Quanto ao háfnio o isótopo que mais ativa é o háfnio-181, de 46 dias de meia vida, sendo que o isótopo de háfnio-175 de 70 dias de meia vida forma-se em quantidade bem menor, apesar da secção de choque do háfnio-174 ser maior do que a do háfnio-180, pois este último existe em porcentagens muito superiores (35,2%) que a do háfnio-174 (0,18%). Quanto ao isótopo do zircônio que se ativa, zircônio-95, de 65 dias de meia vida, forma-se muito pouco deste mesmo isótopo, em virtude da secção de choque ser muito baixa.

Após a irradiação e remoção do reator as amostras de cloreto de zirconila foram dissolvidas em água e a solução foi levada a 25 ml, tomando-se das mesmas alíquotas de 1 ml que foram colocadas nos tubos de plástico para contagem no cintilômetro de raios gama. O óxido de háfnio foi tratado com ácido sulfúrico e fluorídrico, num cadinho de platina, levado a seco, juntando em seguida ácido clorídrico e água e aquecendo-se até a evaporação. A solução foi transferida para um balão volumétrico de 50 ml e dessa solução tirou-se 1 ml para contagem.

Das três amostras fez-se a varredura no espectrômetro de raios gama, figura n.º 5. Note-se que nas três amostras apenas os picos correspondentes ao háfnio e zircônio se manifestam pronunciadamente. Alguma impureza eventual como sódio ou outros elementos de meias-vidas curtas não foram detectadas em virtude das determinações terem sido feitas uma semana após a retirada das amostras do reator; dessa maneira as impurezas de meias-vidas curtas não contribuíram, apreciavelmente, nas medidas de atividade e as impurezas eventuais de meia-vida longa não interferiram, em virtude do tempo de irradiação ter sido pequeno, isto é, cerca de cinco horas, e não ter havido uma ativação pronunciada das mesmas.



A figura n.º 6 é a varredura feita no pico de 0,133 Mev do háfnio-181, para as três amostras. As áreas respectivas foram determinadas obtendo-se os resultados constantes da tabela n.º II e na qual estão também as porcentagens correspondentes de háfnio na amostra comercial inglesa e na amostra nacional. Bergstrom Lourenço⁷ havia encontrado para análise do cloreto de zirconila nacional a proporção de 0,8% em háfnio. Note-se a



simplicidade com que a análise pode ser conduzida, dispensando separação química, especialmente difícil no caso em questão.

TABELA II
Análise do conteúdo de háfio em zircônio

Material	r(max) (un. arbitrá- rias)	rho (un. arbitrá- rias)	Hf mg	(Hf/Zr)100
Hf padrão	4.150	15,5	—	—
Zr comercial	10.100	16,5	4,83 mg	3,38
Zr B. Lou- renço	2.250	15,5	1,14 mg	0,80

2. Análises de sódio em grafite

Adotando-se a mesma técnica de amostragem e irradiação descritas na Parte 1, em que se dosou sódio pela medida, em contadores Geiger, da grafite irradiada, foram analisadas amostras de grafite pelo método do Padrão Interno e gama espectrometria.

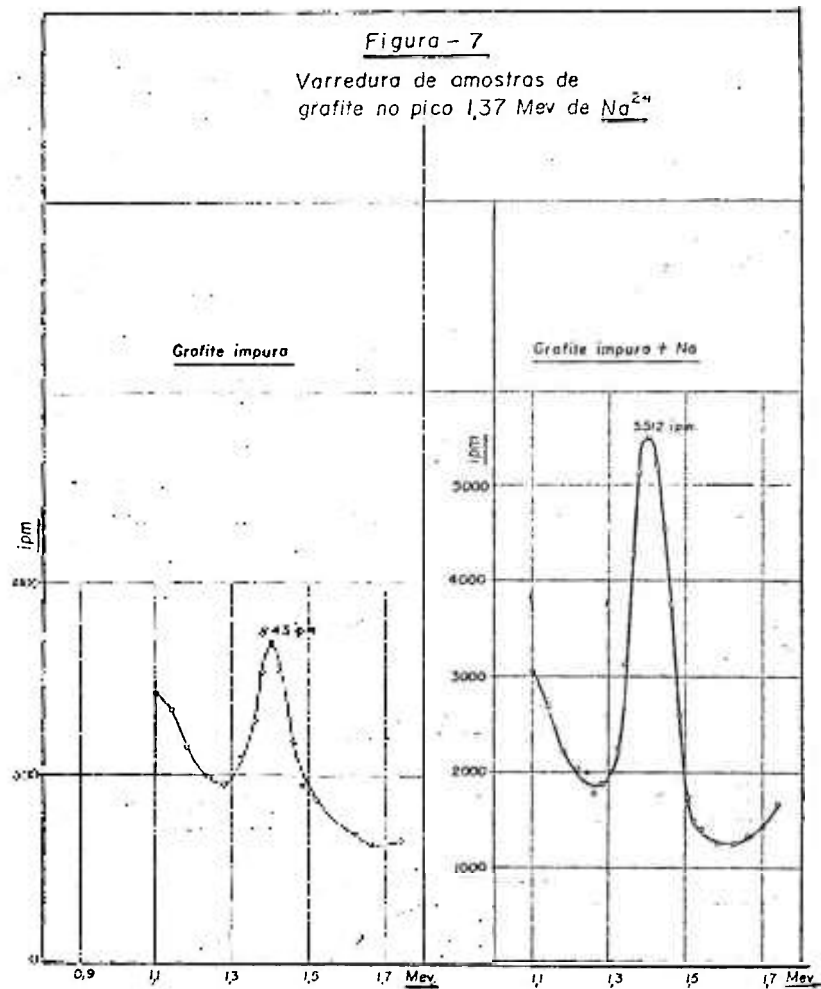
Várias amostras de grafite comercial foram irradiadas e em seguida fêz-se a varredura no pico correspondente a 1,37 Mev do sódio-24. A figura 7 é um exemplo típico das curvas que se obtêm sem separação química. Note-se que em ambas as curvas há uma contribuição pronunciada da parte contínua devida ao efeito Compton, e o cálculo da altura $r(\max)$ não pode ser rigoroso; dessa maneira, a menos que se faça uma separação química, a determinação qualitativa tem apenas caráter aproximado. O exame detalhado dêsse aspecto será feito na discussão.

A tabela III traz os resultados de algumas análises; a ordem de grandeza dos resultados é a mesma que no caso visto na Parte 1⁴.

TABELA III

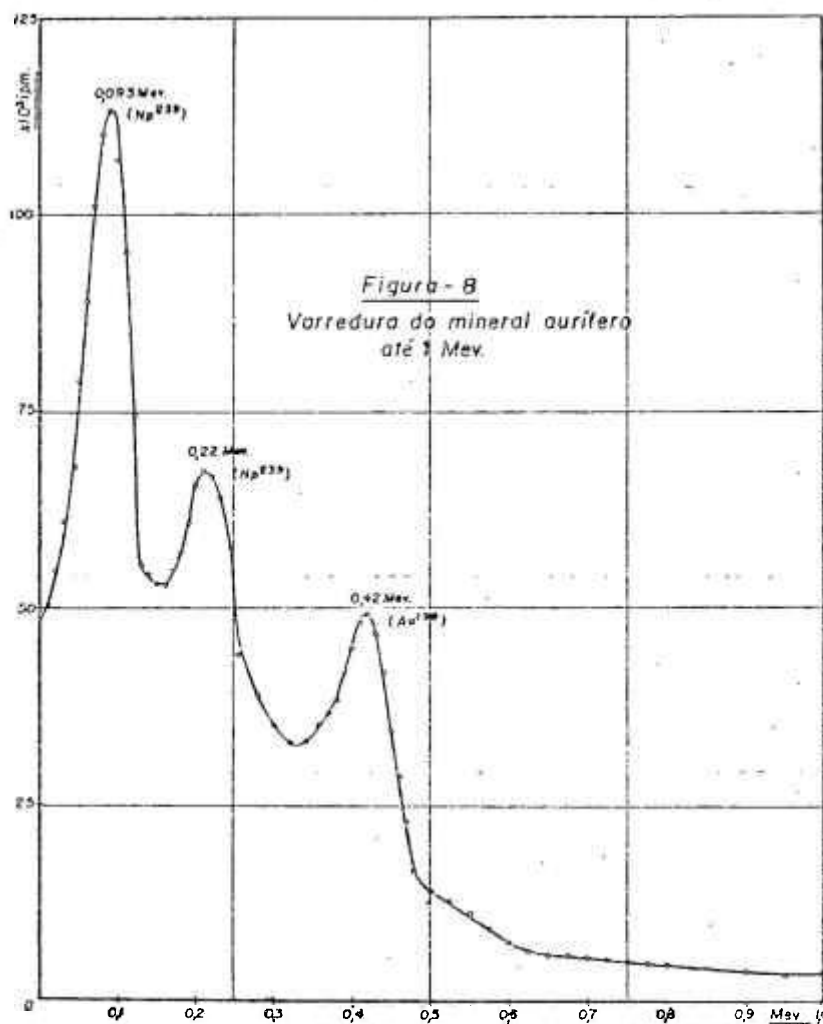
Análises de grafite comercial pelo método do padrão interno

Massa de grafite irradiada	Área do pico em 1,37 Mev (unidades arbitrárias)	mg Na	ppm Na
0,5 g	126,5	0,0190	38
0,5 g + 0,1 g Na	771,7	—	—
0,4 g	66,6	0,0132	33
0,4 g + 0,1 g Na	568,5	—	—
0,1 g	22,1	0,0037	37
0,1 g + 0,1 g Na	640,0	—	—

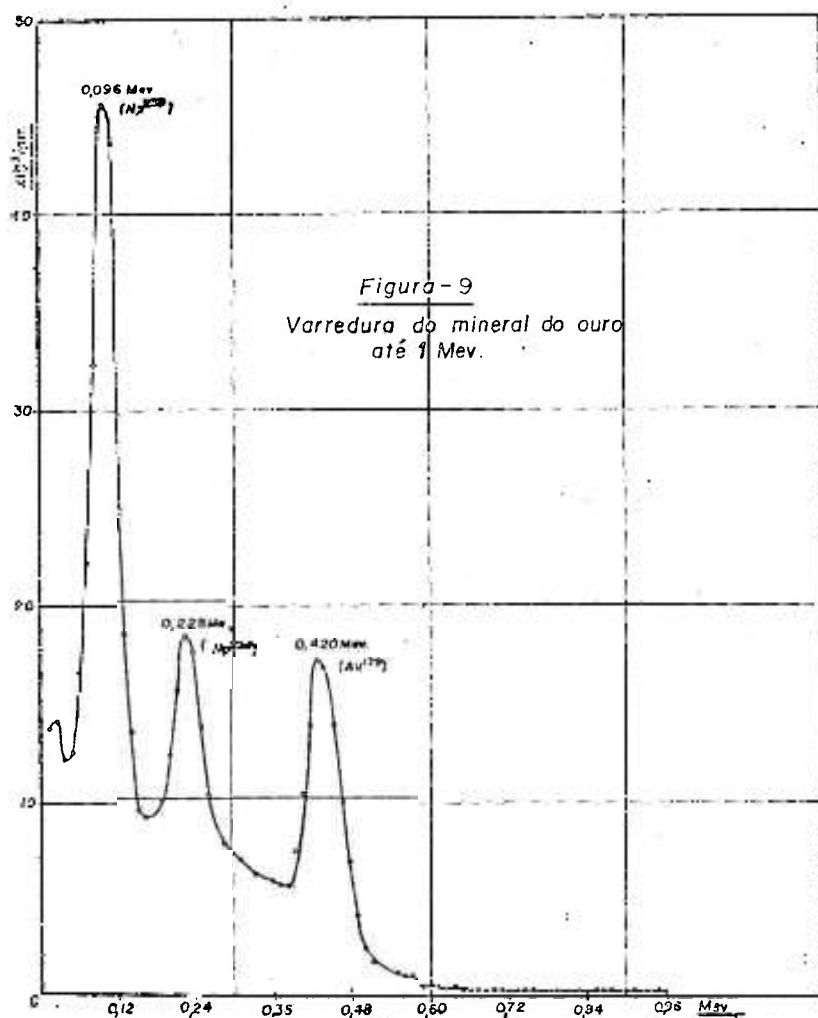


3. Análise de mineral aurífero

Amostras variando de 0,1 a 1,0 g foram irradiadas em tubos plásticos. Após irradiação as amostras eram deixadas "esfriar" pelo menos 24 horas, tempo suficiente para decair o isótopo Si^{31} (2,62h). Foram detectados os elementos Np^{239} pelos seus fotopicos principais de 0,106 e 0,230 Mev, Au^{198} (0,412 Mev) e Na^{24} (1,38 Mev) como podem ser vistos pelas figuras 8 e 9. Além desses radioisótopos não foram detectados outros no gama espectrômetro.



O Np^{239} apresenta quatro picos, de 0,106m, 0,230, 0,276 e 0,323 Mev. Os dois primeiros foram sempre identificados por nós, sendo o de energia mais baixa o mais pronunciado. O Np^{239} resulta da reação $\text{U}^{238} (n, \gamma) \text{U}^{239} \rightarrow \text{Np}^{239}$, pois o mineral contém urânio⁶. Depois do ouro, aparece apenas o Na^{24} . Foram feitas varreduras cobrindo até 3 Mev e foram acompanhados os decréscimos nos fotopicos correspondentes. No fotopico de Np foi encontrada 2,7 e 2,5 dias,



quando o Np^{239} é 2,33. No fotopico do Au^{198} foi encontrada meia vida de 2,7 dias.

A calibração do gama espectrômetro foi feita usando-se fontes de Cs^{137} (0,662 Mev), Sn^{113} (0,333), Cd^{109} (0,087 Mev) e Co^{60} (1,33 Mev).

Esta parte do trabalho acusa, portanto, a presença de urânio e de ouro como elementos de interesse no mineral. Os resultados quantitativos relativamente ao ouro serão apresentados em seguida, sendo que a parte relativa ao urânio continua sendo examinada na Divisão de Radioquímica do Instituto de Energia Atômica. Para determinação quantitativa de ouro foram irradiadas amostras de mineral com e sem adição interna e também um padrão externo. Para amostras irradiadas ao mesmo tempo, os cálculos feitos com áreas concordam com os cálculos feitos pelas alturas dos picos zero (em ipm) tanto para padrão externo como para o interno. Os resultados constam da Tabela IV e a interpretação dos mesmos será feita na Discussão.

DISCUSSÃO

No caso de análises de grafite as impurezas da grafite, que não o sódio, são em número bastante grande; uma análise espectrográfica qualitativa indica a presença de silício, ferro, alumínio, magnésio, titânio, bário, cálcio, chumbo, zinco, sódio, manganês, cobre, prata, cromo e cádmio. Conforme se chamou a atenção na parte introdutória deste trabalho, as análises quantitativas por espectrometria gama, sem separação química, só podem ter caráter rigoroso quando se trabalha com cerca de três elementos químicos, quando muito. Acima deste número torna-se impraticável a construção das curvas padrões para cada elemento com a finalidade de subtrair-se a parte contínua devido ao efeito Compton; em virtude da existência de um grande número de elementos tornados radioativos a parte da curva devida a este efeito é pronunciada e não pode ser desprezada no cálculo da altura do pico.

Relativamente às análises do conteúdo de háfnio no zircônio, como o material é suficientemente puro no que diz respeito a outros elementos químicos, a parte contínua da curva, na figura 6, devida ao efeito Compton dos isótopos de háfnio de energias mais altas, bem como do zircônio, foi subtraída para o cálculo da área no pico 0,133 Mev. Neste caso em particular, em virtude da alta pureza do material em exame, o que portanto já pressupõe uma separação química, a análise quantitativa direta no gama espectrômetro é perfeitamente viável.

A pouca precisão do método, quando se pretende fazer a contagem direta sem processamento químico é ilustrada na Tabela IV para o caso das análises de mineral de ouro. Nota-se uma oscilação nos valores que vai de um mínimo de 22,6 gamas de ouro por grama de mineral a 64,1 gamas de ouro por grama de mineral como valor máximo.

Observação importante a ser registrada no caso das análises sem separação química, diz respeito à data, após a irradiação, em que são feitas as contagens e varreduras. Para o mineral de ouro foi verificado uma discrepância grande nos resultados conforme a data em que era feita a varredura. Tal fato se deve à presença, no mineral, de impurezas com elementos gama emissores cujas energias são próximas às do ouro-198, mas de meias-vidas menores que a do ouro-198. Dessa maneira, se a varredura é feita logo após a irradiação a contribuição devida àqueles isótopos é pronunciada e obtém-se valores com erro por excesso. Por serem as meias-vidas dessas impurezas da mesma ordem de grandeza que a do ouro, é inútil esperar que a atividade das mesmas caia a um valor desprezível.

Os trabalhos experimentais relatados nesta Parte II de Análises por Radioativação, mostram que o método de gama espectrometria é de extremo valor quando não se quer exagerar os méritos do mesmo. Em realidade poucos casos podem prescindir das separações químicas, pelo menos no que diz respeito às determinações quantitativas.

TABELA IV

Análises de mineral de ouro

Exp. n.º	Amostra irradiada (g)	Adiçãõ. gramas de ouro	Áreas (unidades arbitrárias)	Picos (ipm)	Cálculo da massa de ouro encontrada gama/g de mineral			
					Pelos Áreas		Pelos picos	
					Padrão Interno	Padrão Externo	Padrão Int.	Padrão Ext.
14	1) 0,1998	—	11 800	23 622	(1 e 3) 41,4	—		
	2) 0,1996	—	10 240	23 614	(2 e 3) 33,2			
	3) 0,1998	14,1	31 968	89 232				
12	1) 0,100	—	5 516	7 880	(1 e 3) 55,5	(1 e 5) 53,4	(1 e 3) 50,5	(1 e 5) 51,3
	2) 0,0983	—	8 481	10 324	—	(1 e 6) 52,5	(1 e 4) 37,6	(1 e 6) 46,3
	3) 0,1003	7,05	12 524	16 128	(1 e 4) 55,0	—	(2 e 4) 53,8	(2 e 5) 67,5
	4) 0,1005	14,1	29 952	37 426				(2 e 6) 61,8
	5) —	7,05	7 270	10 850				
	6) —	14,1	14 800	23 912				
10	1) 0,1647	—	5 080	82 444		(1 e 2) 64,1		(1 e 2) 60,3
	2) —	7,05	3 393	58 758				
8	1) 0,4554	—	5 084	24 930			(1 e 2) 34,3	(1 e 3) 34,2
	2) 0,647	14,1	12 610	47 620				(1 e 4) 34,0
	3) —	7,05	3 390	11 764				
	4) —	14,1	6 900	23 000				
7	1) 0,3491	—	6 305	48 610	26,9	—	25,0	—
	2) 0,2647	7,05	11 025	87 730				
3	1) 0,800	—	264	160	24,2		22,6	
	2) 0,800	14,1	456	285	37,75		44,2	

RESUMO

As análises por ativação beneficiando-se da técnica de espectrometria de raios gamas, executadas na Divisão de Radioquímica do I. E. A., são apresentadas neste trabalho. Discutem-se as possibilidades do método no que diz respeito à necessidade ou não de separação química do material a ser analisado. Os resultados obtidos, relativamente às análises quantitativas de háfnio em zircônio, sódio em grafite e ouro em minérios, são apresentados.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao prof. Bergstrom Lourenço, pela doação das amostras da cloreto de zirconila, e ao sr. Raul Brenner, do Instituto de Energia Atômica, pela construção do gama-espectrômetro.

BIBLIOGRAFIA

- 1) J. W. Coltman e F. H. Marshall. *Phys. Rev.* 72, 528 (1947).
- 2) D. H. Peirson. *Nature*, 173, 990 (1954).
- 3) D. H. Peirson. *Brit. Journ. Appl. Phys.*, 6, 444 (1955).
- 4) F. W. Lima, A. Abrão e C. Pagano. *Análises por radioativação, Parte I*, trabalho apresentado no XIII Congresso Brasileiro de Química.
- 5) O. B. Bergstrom. *Contribuição à química do zircônio*. Tese de Concurso à Cadeira de "Química Inorgânica", Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 1955.
- 6) M. G. White. — *Urânio nos conglomerados auríferos da mina de ouro de Canavieiras, Estado da Bahia*. Publicação do Conselho Nacional de Pesquisas, 1957.

