

VALIDACIÓN DE UN MÉTODO MEJORADO PARA LA SEPARACIÓN Y MEDICIÓN DE Pb-210 Y Po-210

A. BOMBARD^a, M. LE BERRE^b, L. JOHANSSON^c, S. HAPPEL^a

^a Eichrom Environment

^b Eichrom Europe

^c Zentrum für Strahlenschutz und Radioökologie, Universität Hannover, 30167 Hannover, ALEMANIA

Panorámica

- § ¿Por qué es necesario medir el Pb-210 y el Po-210?
- § Procedimiento
 - Método anterior
 - Método optimizado
- § Resultados de validación
- § Comparación de discos de Ag y Ni para la autodeposición de ^{210}Po
- § Conclusión

¿Por qué medir el Pb-210 y el Po-210?

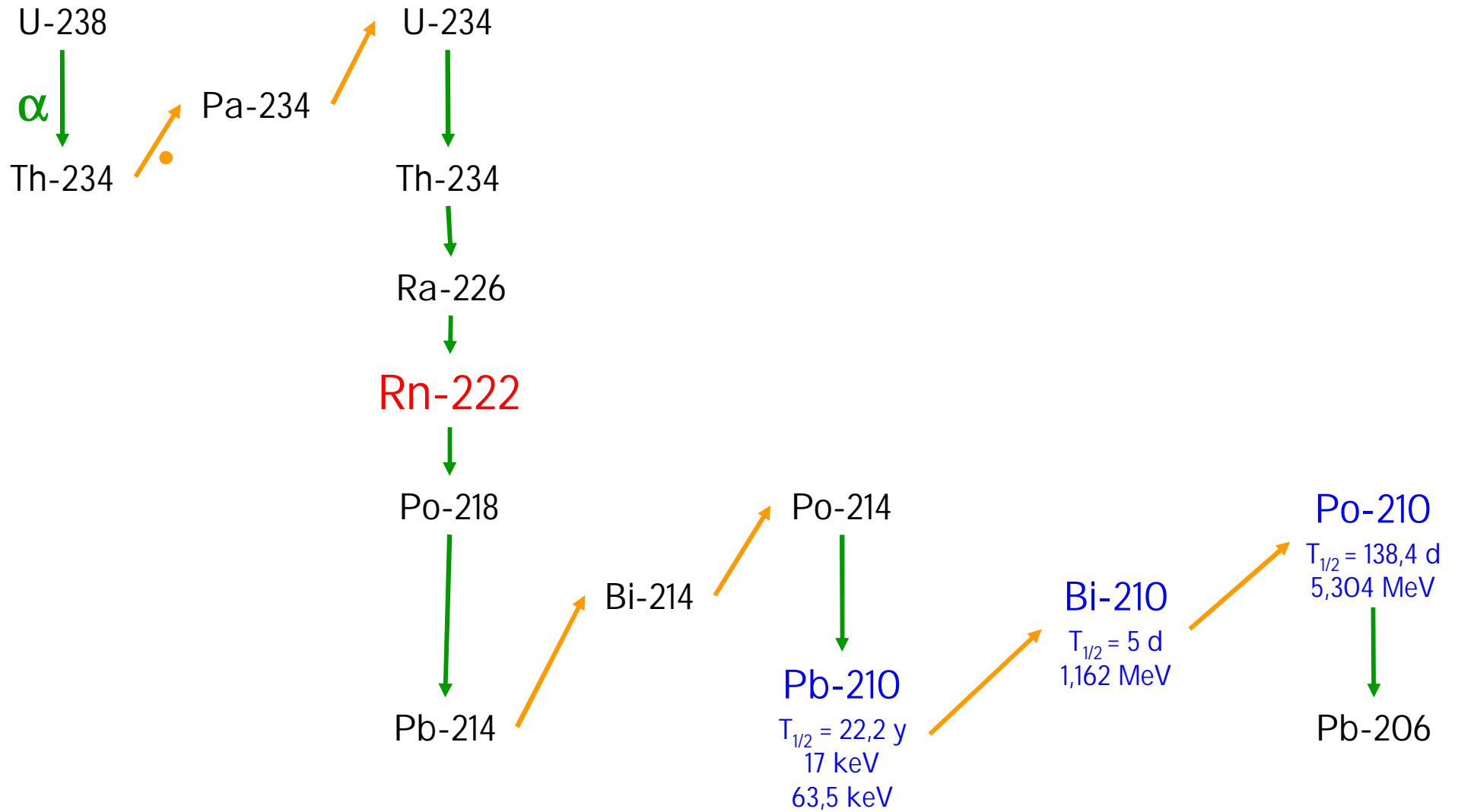
§ Directiva europea sobre agua potable 98/83/EC

- Recomendaciones de la OMS
- Cálculo de la Dosis Indicativa Total (DIT)
 - Es necesario conocer la actividad de ^{210}Pb - ^{210}Po

§ Análisis de la radiactividad en aguas naturales y potables

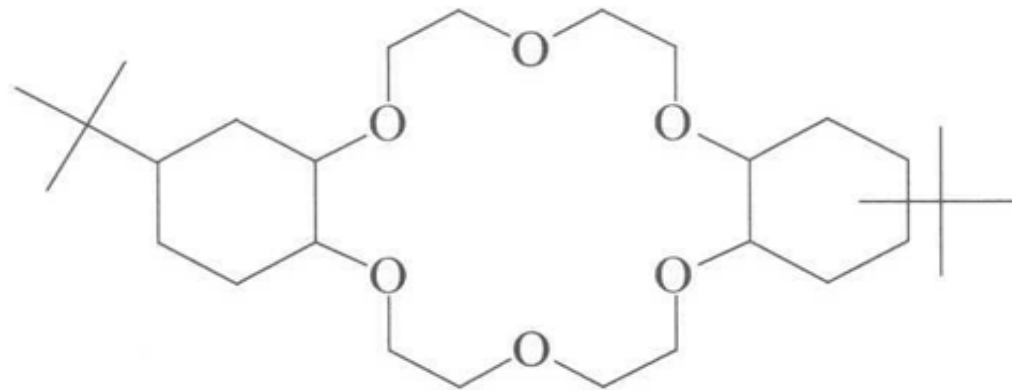
- El Pb-210 y el Po-210 forman parte de los radionuclídeos naturales
- No existe un método normativo
- Se necesitan métodos sensibles con límites de detección (DL) bajos

Recordatorio



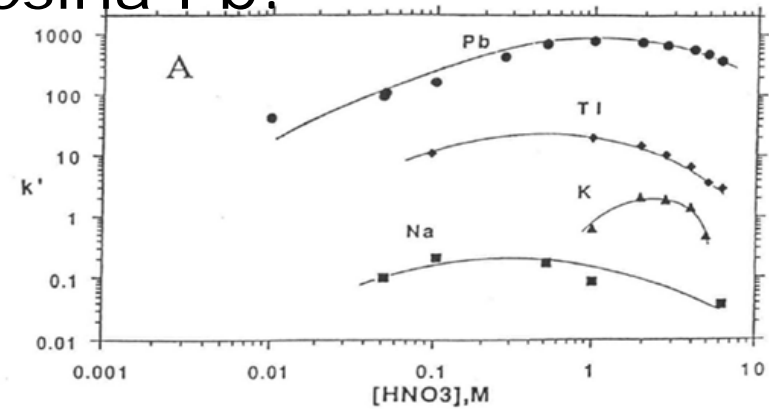
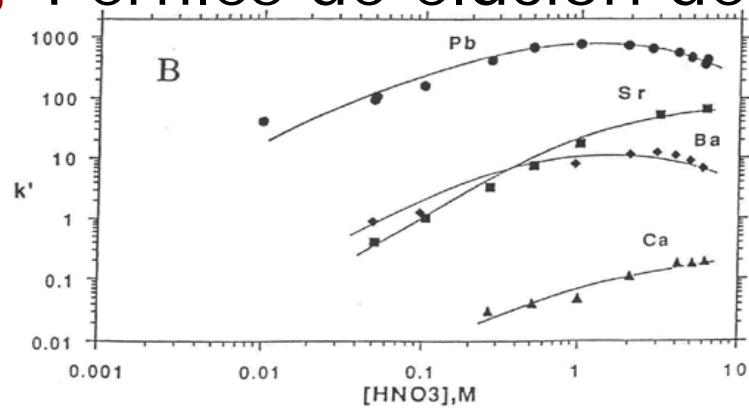
Datos existentes sobre la resina Pb (1/2)

- Extractante: éter corona (igual que para la resina Sr)

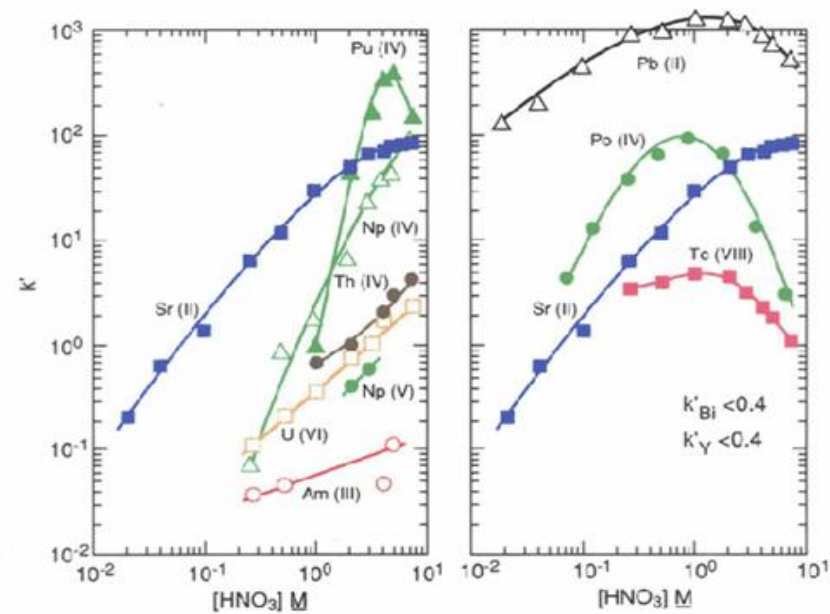
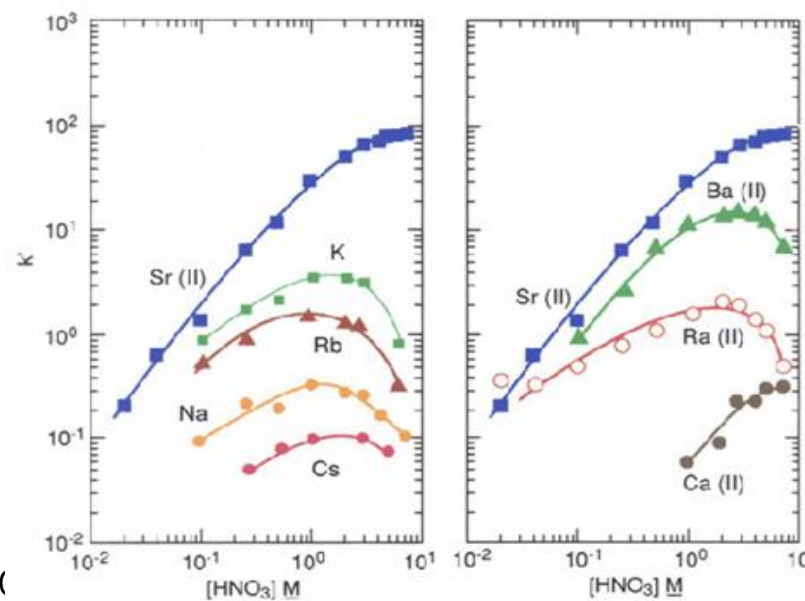


Datos existentes sobre la resina Pb (2/2)

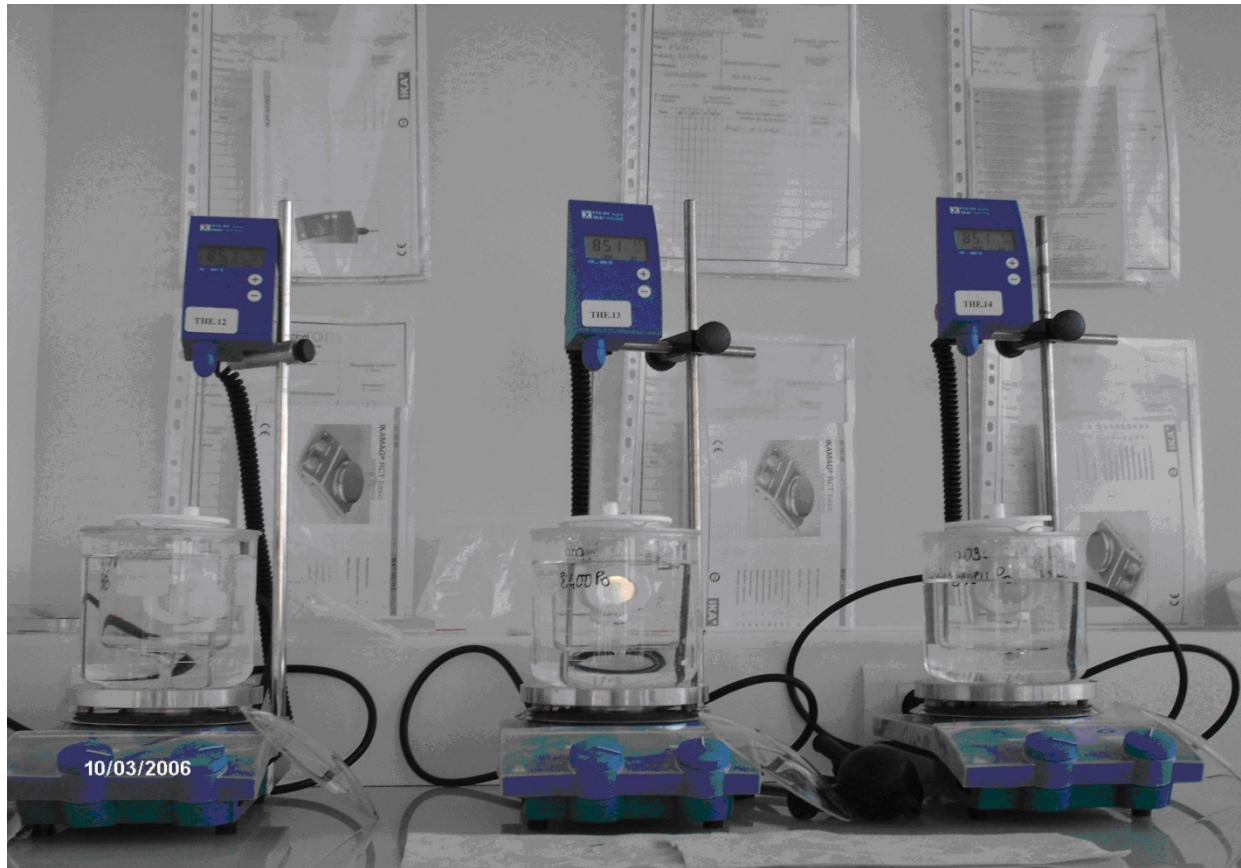
§ Perfiles de elución de la resina Pb:



§ Perfiles de elución de la resina Sr:



Experimentos



Procedimiento de separación de ^{210}Pb - ^{210}Po : método 1

- § Preconcentración de Pb-Po en resina catiónica (C8-B500-M-H)
- § Separación secuencial de Po y Pb en resina Sr
- § Autodeposición de Po en disco de Ag para espectrometría α
- § Medición de Pb
 - 1ml para medición por AAS • determinación de la producción química
 - 9ml para medición por LSC

Synop1_Pb

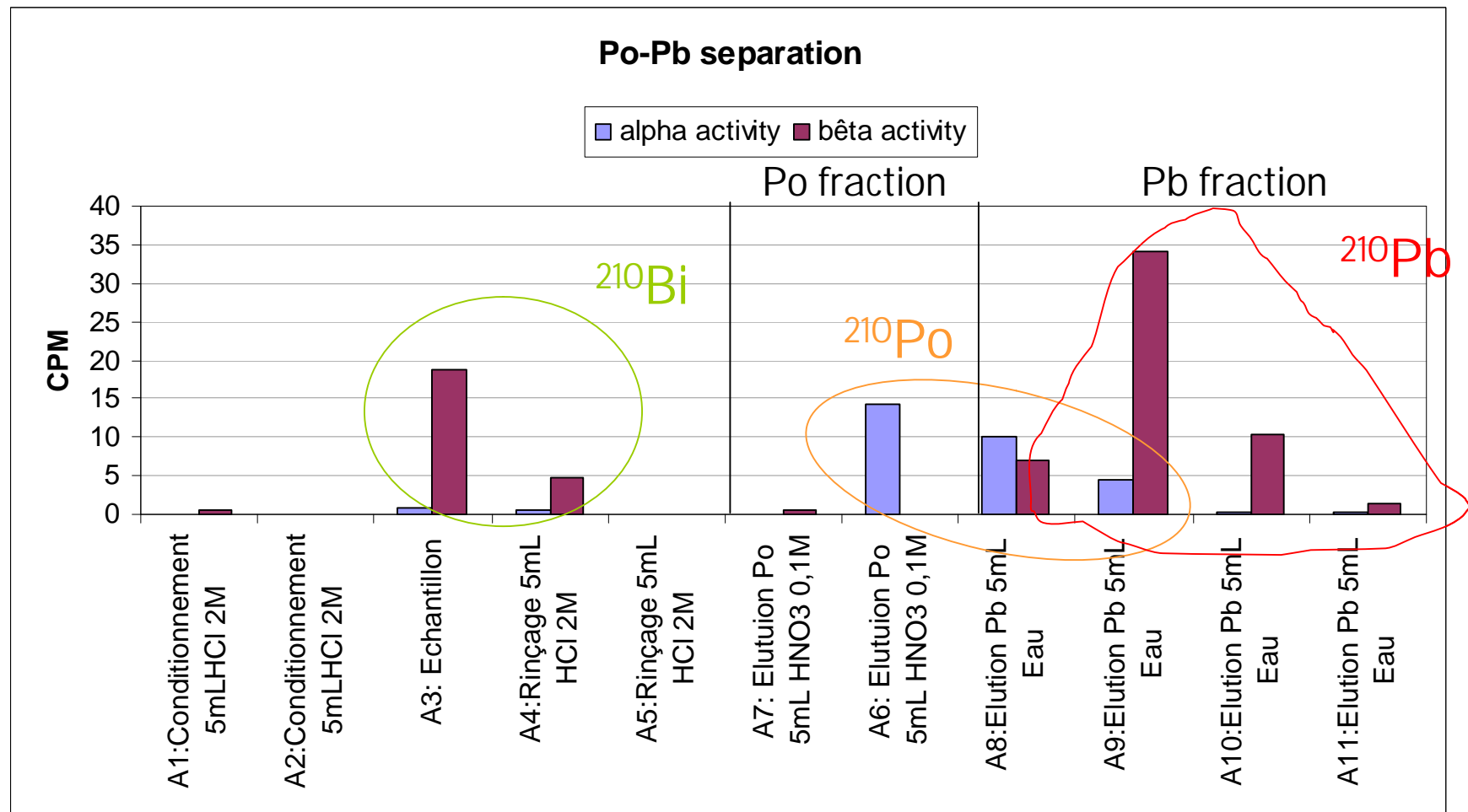
Procedimiento de separación de ^{210}Pb - ^{210}Po : método 2

- § Coprecipitación de Pb-Po y $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- § Separación secuencial de Po y Pb en resina Pb
- § Autodeposición de Po en disco de Ag para espectrometría α
- § Medición de Pb
 - 1 ml para medición por AAS• determinación de la producción química
 - 9 ml para medición por LSC

Optimización del método 2 (A)

§ Condiciones

- Condicionamiento de la resina con 10 ml de HCl 2M
- Carga de la muestra
- Baño con 10 ml de HCl 2M
- Elución de Po con 10 ml de HNO₃ 0,1 M
- Elución de Pb con 20 ml de H₂O



Optimización del método 2 (A)

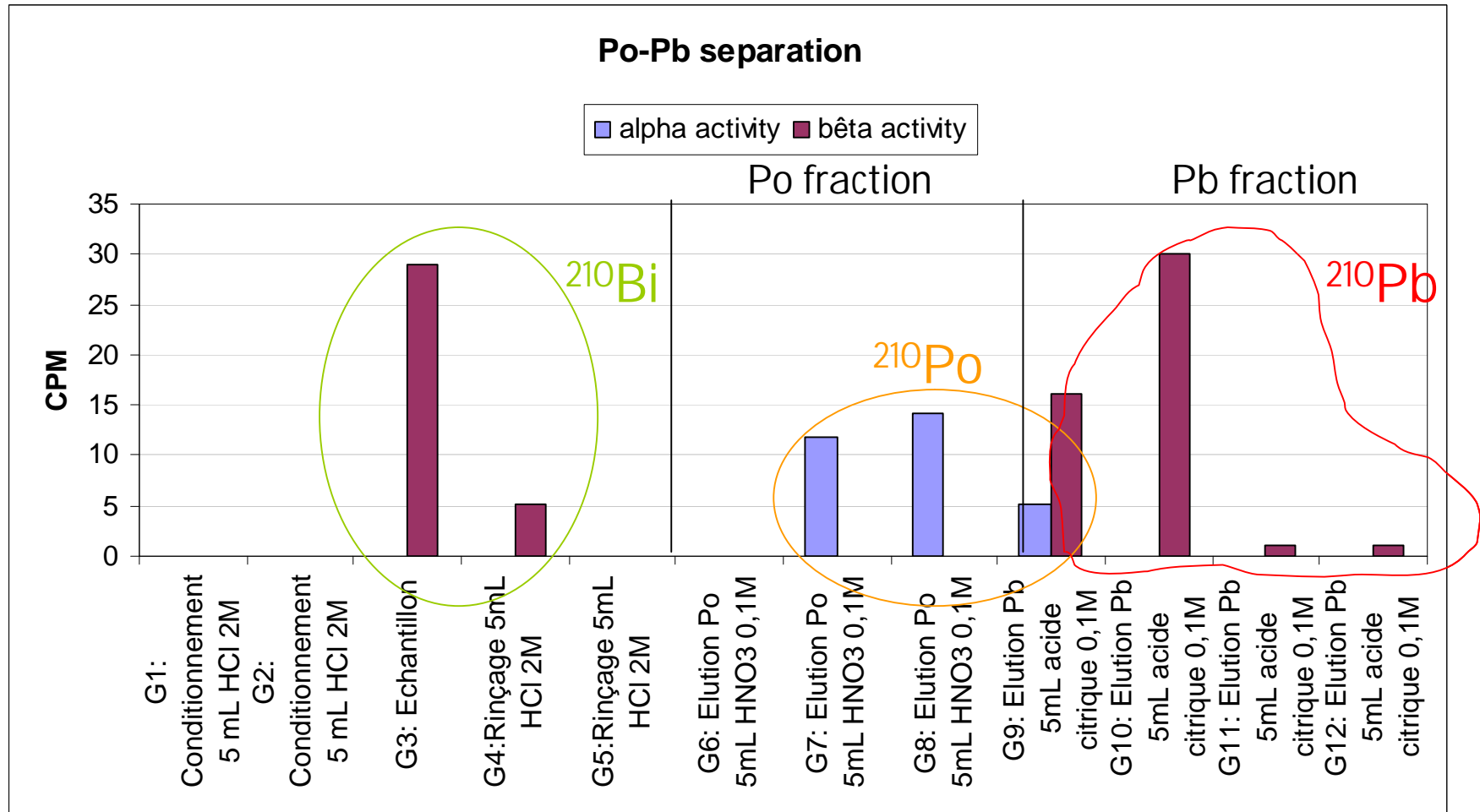
§ Resultados

- ^{210}Bi en fracciones de carga y baño
- Elución de Pb con H_2O :
 - 100% Pb
 - 39% Po

Método de optimización 2 (B)

§ Condiciones

- Condicionamiento de la resina con 10 ml de HCl 2M
- Carga de la muestra
- Baño con 10 ml de HCl 2M
- Elución de Po con 10 ml de HNO_3 0,1 M
- Elución de Pb con 20 ml de ácido cítrico 0,1 M



Método de optimización 2 (B)

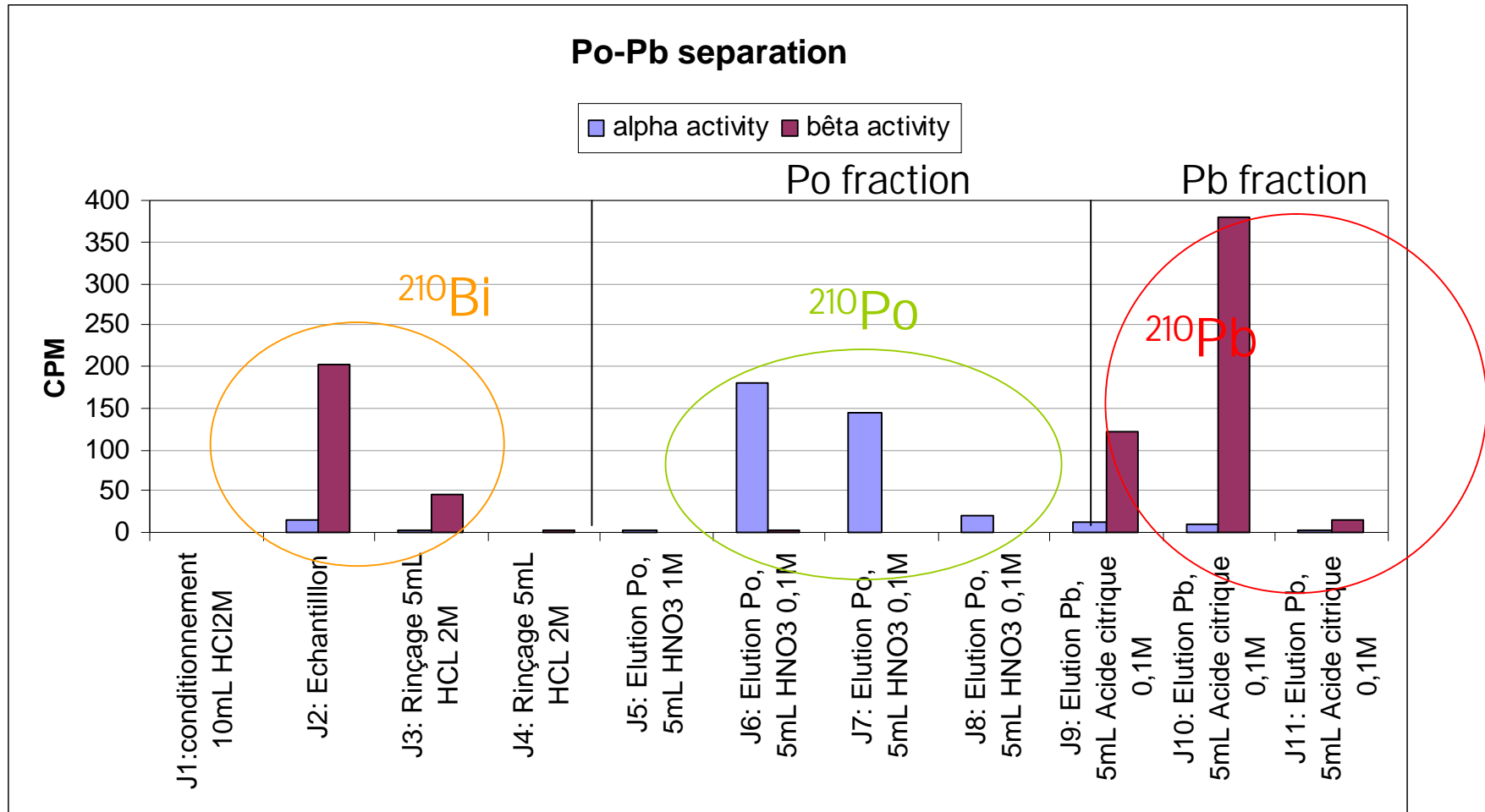
§ Resultados

- Bi en fracciones de carga y baño
- Elución de Po: inferior al 0,1% de Pb en fracción de Po
- Elución de Pb:
 - 17% de Po en primera fracción de Pb
 - 67% de recuperación de Pb sin Po en fracción

Optimización del método 2 (C)

§ Condiciones

- Condicionamiento de la resina con 10 ml de HCl 2M
- Carga de la muestra
- Baño con 10 ml de HCl 2M
- Elución de Po con 5 ml de HNO₃ 1 M y, a continuación, con 10 ml de HNO₃ 0,1 M
- Pb de elución con 15 ml de ácido cítrico 0,1 M



Optimización del método 2 (C)

§ Resultados

- Bi en fracciones de carga y baño
- Elución de Po: inferior al 0,2% de Pb en fracción de Po, 83% de recuperación de Po
- Elución de Pb: recuperación cuantitativa de Pb con 6% Po en fracción de Pb

Conclusiones preliminares

- § Diferencias entre los métodos 1 y 2:
 - Método de preconcentración diferente
 - Resina diferente
 - HCl 2M como medio en lugar de HNO₃ 1M
 - Resultados de recuperación superiores para Po (80% en lugar de 50%) con método 2
- § Es posible la elución de Pb con H₂O
 - ∅ pero se necesita más volumen, en comparación, que con el ácido cítrico
- § Pb eluido con 20 ml de HCl 6M con método 1
- § Pb eluido con 10 ml de ácido cítrico (97% de Pb total) con método 2

Synop2_Pb

Resultados de validación para método 2: Selectividad

§ Factores de descontaminación (DCF):

- elevados en general para U, Th y Sr,
- buen factor de descontaminación para Ra en fracción de Pb,
- factor de descontaminación bastante bajo para Ra en fracción de Po (no es problemático, dado que Ra no se ha autodepositado).

RN que interfiere	Fracción de Pb		Fracción de Po	
	Factor de descontaminación α	Factor de descontaminación β	Factor de descontaminación α	Factor de descontaminación β
Ra-226	182	89	14	45
U-Nat	> 1000	> 1000	> 1000	> 1000
Th-Nat	> 1000	> 1000	> 1000	> 1000
Sr-90	NA	> 1000	NA	> 1000

Resultados de validación para método 2: precisión

§ valores t • 1 para todas las muestras analizadas

Ref. de muestra	Pb-210					Po-210				
	Ref. A (Bq.l-1)	Incertidumbre A (Bq.l-1)	Exp. A (Bq.l-1)	Incertidumbre A (Bq.l-1)	valor t	Ref. A (Bq.l-1)	Incertidumbre A (Bq.l-1)	Exp. A (Bq.l-1)	Incertidumbre A (Bq.l-1)	valor t
Agua 1+	9,61E-02	2,87E-02	7,00E-02	3,00E-02	0.6	1,30E-02	2,91E-03	1,33E-02	8,54E-03	0.1
Agua 2+	< LD		< LD		N/A	2,03E-03	1,15E-03	1,60E-03	6,00E-04	0.3
Agua mezclada 1	1,77E-01	1,93E-02	1,60E-01	3,30E-03	0.9	1,60E-01	1,93E-02	1,39E-01	1,84E-02	1.0
Agua mezclada 2	1,69E-01	5,15E-03	1,63E-01	8,09E-03	0.7	1,69E-01	5,15E-03	1,55E-01	1,94E-02	0.7
Agua mezclada 3	1,66E-01	5,08E-03	1,58E-01	8,09E-03	0.9	1,66E-01	5,08E-03	1,50E-01	2,04E-02	0.7
Agua mezclada 4	1,69E-01	5,18E-03	1,63E-01	8,09E-03	0.6	1,69E-01	5,18E-03	1,57E-01	1,80E-02	0.7
Agua mineral*	1,24E-01	1,69E-02	1,02E-01	3,20E-02	0.6	1,06E-01	1,30E-03	1,06E-01	8,76E-02	0.6
CRM (PTB)	8,00E-02	4,00E-03	8,70E-02	2,20E-02	0.3	8,00E-02	4,00E-03	8,50E-02	2,10E-02	0.2

+muestra medida previamente con método no acreditado

*media de resultados obtenidos por otros laboratorios

Definición de precisión con valor t

$$t = \frac{|C_{A,\text{det}} - C_{A,\text{Ref}}|}{\sqrt{U_{C_{A,\text{det}}}^2 + U_{C_{A,\text{ref}}}^2}}$$

§ $t \leq 1$ • No existe diferencia significativa: precisos

§ $t > 1$ • Los resultados no son precisos

(t corresponde a E_n en la guía 43-1 ISO/IEC)

Resultados de validación

§ Precisión

	Pb-210	Po-210
Repetitividad s_r (N=6)	2.2	8.9
Reproducibilidad s_R (N=12)	4.4	5.2

∅ s_r o $s_R \leq 15\%$ • resultados aceptados

∅ s_r o $s_R > 15\%$ • resultados no aceptados

§ Límites de detección (DL) para $V = 1,5$ l

§ Pb-210 del orden de 20 mBq.l⁻¹ con 240 minutos de recuento

§ Po-210 del orden de 3 mBq.l⁻¹ con 1000 minutos de recuento

Comparación de los resultados de la autodeposición de ^{210}Po en discos de Ni y Ag

	Recuperación (%)		FWHM (keV)	
	media	estándar (%)	media	estándar (%)
Ni (N=10)	61	30	18.4	8.2
Ag (N=10)	99	8.6	19.1	15.8

§ Discos de Ag

- Autodeposición cuantitativa
- Buena reproducibilidad

§ Discos de Ni

- La reproducibilidad no es estable

§ Ambos discos reflejan muy buena resolución

Conclusión

- § Existen dos métodos para la separación secuencial de ^{210}Pb - ^{210}Po
- § Autodeposición de Po tanto en discos de Ag como en discos de Ni

