

# ANALISIS EXPRESO POR ACTIVACION NEUTRONICA DE RESIDUALES SIDERURGICOS

O. Díaz Rizo, E. Herrera Peraza y J. Borroto Portela, Instituto Superior de Ciencias y Tecnología Nucleares

## RESUMEN

En el presente trabajo se presenta la metodología para la realización de análisis expreso de muestras de residuales industriales mediante el empleo del Análisis por Activación Neutrónica Instrumental (AANI), empleando para ello neutrones provenientes de un reactor nuclear. Los resultados obtenidos en muestras residuales de Antillana de Acero, demuestran la factibilidad de este tipo de análisis y las posibilidades de su realización en Cuba.

**Palabras claves:** análisis por activación neutrónica, medio ambiente, reactor nuclear.

## ABSTRACT

The methodology for express analysis of industrial residual samples by Instrumental Neutron Activation Analysis, using neutrons from a nuclear reactor is presented. The obtained results in residuals from Antillana de Acero shown the availability of this type of analysis and the possibility of its implementation in Cuba.

**Key words:** neutron activation analysis, environment, nuclear reactor.

## INTRODUCCION

El Análisis por Activación Neutrónica se ha mantenido competente en los estudios medio-ambientales, como complemento del resto de las técnicas analíticas convencionales (Jervis, 1993), dada su capacidad de poder determinar entre 30 y 40 elementos trazas en muestras de las más diversas matrices (suelos, sedimentos, biológicas, aerosoles, residuales, etc.), al carácter no destructivo del análisis, a su gran reproducibilidad, entre otras.

Por otra parte, no es menos cierto que estos estudios suelen resultar relativamente largos. Por ejemplo, estudios realizados por el método relativo de AANI a muestras ambientales en nuestro país (Díaz et al., 1993, 1996, 1997A, Herrera et al., 1998, Capote et al., 1999) han demorado, como promedio, entre 3 y 4 meses, dada la necesidad imperiosa de analizar muestras y estándares a diferentes regímenes de enfriamiento. Esta dificultad atenta contra el empleo del AANI para evaluaciones de impacto ambiental.

La introducción de los métodos semi-absolutos de AANI (De Corte, 1987), el desarrollo vertiginoso de los medios de cómputo, así como la obtención de mejores datos nucleares para los elementos radiactivos de muy corta vida (Ivanov et al., 1987), han permitido plantearse la posibilidad de determinar un buen número de elementos en muestras ambientales de una manera rápida, precisa y con resultados confiables.

## MATERIALES Y METODOS

Para el estudio se tomaron muestras de dos residuales que genera la Empresa Siderometalúrgica "José Martí" (Antillana de Acero): la escoria residual del proceso de acerado (R1) y los residuales del proceso de fundición en los altos hornos (R2). En ambos casos, las muestras fueron tamizadas y homogeneizadas. Para su estudio por AANI, cinco réplicas de las mismas, en porciones de 80-100 mg, fueron empaquetadas en contenedores plásticos. El Material de Referencia Certificado IAEA/SOIL-7 (Pszonicki, 1984) se empleó como estándar para la realización del análisis relativo.

Las irradiaciones fueron realizadas durante 15 segundos en el canal neumático de reactor TRIGA MARK III (1 MW,  $1.10^{12}$  n.s<sup>-1</sup>.cm<sup>-2</sup>) del Instituto de Investigaciones Nucleares de México. Tras un enfriamiento de 1 minuto, las muestras irradiadas fueron medidas durante 300 segundos en un detector de Germanio Hiper Puro (ORTEC, 1.8 keV para la línea de 1332 keV del <sup>60</sup>Co) acoplado a un ADC de 4096 canales enlazado a una IBM-PC. Todos los espectros gamma fueron procesados con el programa *Spectrum Analyzer* (Perdomo et al., 1994).

Las concentraciones de los elementos se determinaron por vía relativa y por el método de Høghdal de la estandarización  $k_0$  de AANI (De Corte et al., 1994). Para la estandarización  $k_0$  se tomaron los valores de las características principales del flujo

neutrónico de ese canal del reactor ( $\alpha = -0.12 \pm 0.02$ ,  $f = 43 \pm 4$ ,  $T_n = 60.6 \pm 4.9$  °C) determinadas con la ayuda del multimonitor HAV-1 (Díaz et al., 1997B), así como los parámetros  $k_0$  determinados experimentalmente en ese reactor (Díaz et al., 1999).

## RESULTADOS Y DISCUSION

La Tabla 1 muestra los intervalos de confianza de las concentraciones obtenidas para los diferentes elementos determinados en los residuales R1 y R2, calculados mediante el sistema BABXEL (Herrera et al., 1995) para  $\alpha = 0.95$  y  $\beta = 0.05$ . Para ello se tuvieron en cuenta tanto los errores de las concentraciones determinadas para las diferentes réplicas, como también los errores de la concentración del material certificado. En el caso de la estandarización  $k_0$  se tuvieron en cuenta los errores de las concentraciones determinados según la metodología propuesta por Heydorn (Heydorn et al., 1994) y aceptada internacionalmente. Los límites de detección se determinaron según el criterio de Currie (Currie, 1968), como el triplo de la desviación estándar del fondo en el espectro de las muestras irradiadas. Vale señalar que en todos los espectros procesados se evidenció la presencia de Cloro a través de las líneas de escape simple y doble del cuanto gamma de 2167.33 keV correspondiente a la reacción  $^{37}\text{Cl}(n,\gamma)^{38m}\text{Cl}$ , pero las mismas no pueden ser utilizadas con fines analíticos.

Como se puede observar, existe una magnífica correspondencia entre los resultados obtenidos por ambos métodos, con una mejor exactitud en los correspondientes a la estandarización  $k_0$ . Esto viene dado por la incertidumbre que introduce el error de

la concentración del material certificado en el método relativo.

Desde el punto de vista medioambiental, resultan interesante apreciar que en la escoria existe un elevado contenido de metales pesados, tales como el manganeso, titanio y vanadio, los cuáles al ser sometidos a condiciones de lixiviación por lluvia ácida, constituyen un potencial contaminante de las aguas superficiales. Esto puede ser importante, teniendo en cuenta que la Antillana de Acero está ubicada en la cuenca superior del Río Almendares antes de su represamiento en el embalse Ejército Rebelde.

La presencia de una elevada concentración de manganeso en el residual de los hornos, resulta igualmente un potencial de contaminación. Es de señalar que en este tipo de residuales es posible la existencia de cadmio, elemento de elevado poder tóxico, pero sus isótopos son imposibles de determinar mediante el régimen de irradiación-enfriamiento característico para el análisis expreso por AANI. Resulta interesante la elevada concentración de Magnesio encontrada en R2 (~8 %).

Comparando los rangos de concentraciones obtenidas y los límites de detección para estos elementos determinados en (Herrera et al., 1999) para el Conjunto Subcrítico del ISCTN (CS-ISCTN), podemos observar que el estudio expreso por AANI de estos tipos de residuales puede ser realizado en esa facilidad experimental, sólo que en la variante conocida como activación de muestras gigantes (hasta 1 kg de peso).

**Tabla 1.** Rangos de concentraciones y límites de detección del análisis expreso por activación neutrónica de los residuales R1 y R2.

ELEMENTO	RESIDUAL R1		RESIDUAL R2	
	Análisis Relativo ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	$K_0$ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	Análisis Relativo ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	$K_0$ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
Mg	10335 - 11085	10840 - 11170	81863 - 87801	82206 - 87384
Mn	1474 - 1565	1428 - 1478	4054 - 4436	4204 - 4332
Ti	4542 - 5206	4857 - 4905	< 120 <sup>(1)</sup> < 77 <sup>(1)</sup> < 126 <sup>(1)</sup> < 330 <sup>(1)</sup>	
Na	3425 - 3505	3243 - 3449		
V	116 - 136	133 - 141		
Al	23800 - 24514	24187 - 24923		

<sup>(1)</sup> – En los espectros no se observan las líneas características.

**Tabla 2.** Límites de detección en el CS-ISCTN (en  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ) para los elementos determinados en R1 y R2.

ELEMENTO	Para 5 g	Para 500 g	Para 1000 g
Mg	75670	757	378
Mn	9.3	0.09	0.05
Ti	73820	738	369
Na	138	1.4	0.7
V	266	2.7	1.3
Al	8549	85	43

#### REFERENCIAS

- CAPOTE, G.; B. PEÑA; O. DIAZ; G. PEREZ and A.T. HERNANDEZ (1999). "Determination of REE in sea sediments from the Cuban northwestern coast by INAA", *Nucleus* 26, 18.
- CURRIE, L.A. (1968): *Anal. Chem.*, 403, 586.
- CORTE, F. de (1987): Ph. D. Thesis, University of Gent, Belgium.
- CORTE, F. de y A. SIMONITS (1994): "Vademecum for  $k_0$ -users", DSM Research, Geleen, R94/11492, December.
- DIAZ RIZO, O.; M. GOMEZ; E. HERRERA, J. GRIFFITH and S. MESA (1993): "Elemental study of sugar cane leaves and soils by NAA". In: **Activation Analysis in Environment Protection**, D14-93-325, Dubna, 387.
- DIAZ RIZO, O. and J. GRIFFITH (1996): "Soil-plant relation in sugar cane by INAA". *J. Radioanal. Nuc. Chem. Letters*, 213/5, 377.
- DIAZ RIZO, O. and E.F. HERRERA PERAZA (1997): "Multi-elemental characterization of Cuban natural zeolites", *J. Radioanal. Nuc. Chem. Letters*, 221/2, 255.
- DIAZ RIZO O.; I. ALVAREZ PELLON; E.F. HERRERA PERAZA et al. (1997): "HAV-1: A Multipurpose Monitor for Reactor Epithermal Neutron Flux Characterization". *J. Radioanal. Nuc. Chem. Letters*, 220/1, 99.
- DIAZ RIZO, O.; I. ALVAREZ PELLON; E.F. HERRERA PÉRAZA et al. (1999): "Determination of  $k_0$ -factors for  $k_0$ -INAA of environmental samples". II International Symposium on Nuclear and Related Techniques in Agriculture, Industry and Environment. Havana, October 26-29, ISBN 959-7136-04-X.
- HERRERA, E.; E. MONTOYA et al. (1995): Programa BABXEL. Manual del Usuario. Taller Regional sobre Aplicación del Método  $k_0$ . IAEA-RLA/2/003.
- HERRERA, E.; R. HERRERA; O. DÍAZ; G. CAPOTE; M.E. MONTERO y F. BRINGAS (1998): "Análisis de la composición elemental de diferentes zonas costeras de Cayo Coco atendiendo a su vegetación". *Rev. Cub. de Física*, 15(2), 137.
- HERRERA, E.; O. DIAZ; M.E. MONTERO et al. (1999): "Development and implementation of the  $k_0$ -standardization and other parametric methods of INAA in Cuba. Part I". *J. Radioanal. Nuc. Chem.*, 240(2), 437.
- HEYDORN, K. and E. DAMSGAARD (1994): *J. Radioanal. Nucl. Chem., Articles*, 179/1, 87.

14. IVANOV, I.N. y O.K. NIKOLAENKO (1987): "Análisis por activación por radionúclidos de corta vida", **Energoatomoizdat**, (en Ruso).
15. JERVIS, R.E. (1993). "The appropriate role for different nuclear techniques in the study of environmental problems". In: **Activation Analysis in Environmental Protection**, D14-93-325, 116-127.
16. PERDOMO, A. y C. GARCÍA (1994): Tesis de Licenciatura, ISCTN, La Habana.
17. PSZONICKI, L. (1984): Certified Reference Material IAEA/SOIL-7. Report IAEA/RL/112, Vienna.