

# Avaliação da incerteza para a curva de eficiência da determinação de $^{210}\text{Pb}$ por cintilação líquida

**C S Sampaio, W O Sousa, B M Dantas**

Instituto de Radioproteção e Dosimetria – IRD/CNEN

E-mail: camilla@ird.gov.br

**Resumo:** Uma metodologia para avaliação das incertezas associadas com a determinação da curva de eficiência do  $^{210}\text{Pb}$  por cintilação líquida (LSC) foi apresentada. Não houve diferença estatística entre a determinação da eficiência entre as contagens antes e após o equilíbrio secular do  $^{210}\text{Pb}$  com o  $^{210}\text{Bi}$ , nem entre a comparação das curvas considerando as contagens correspondentes a região do  $^{210}\text{Pb}$  com as curvas considerando a soma das contagens correspondentes a região do  $^{210}\text{Pb}$  e do  $^{210}\text{Bi}$  para o mesmo intervalo de tempo após a precipitação.

**Palavras-chave:**  $^{210}\text{Pb}$ . Avaliação da incerteza. Curva de eficiência.

**Abstract:** Methodologies for the evaluation of uncertainties associated with the determination of the efficiency curve of  $^{210}\text{Pb}$  by liquid scintillation counting (LSC) are presented. No statistical difference were found when compared the uncertainties of the curves that represented the counting net before and after the secular equilibrium between  $^{210}\text{Pb}$  and  $^{210}\text{Bi}$ , nether when compared the curves when counting only  $^{210}\text{Pb}$  and the curve with the total count of  $^{210}\text{Pb}$  and  $^{210}\text{Bi}$ , for the same time interval after precipitation.

**Keywords:**  $^{210}\text{Pb}$ . Measurement uncertainty. Efficiency curve.

## 1. INTRODUÇÃO

O  $^{210}\text{Pb}$  é um dos mais radiotóxicos produtos de decaimento da cadeia do urânio e apresenta um dos maiores fatores de conversão de dose para ingestão, dentre os radionuclídeos de ocorrência natural<sup>[1]</sup>, além de apresentar uma meia-vida relativamente longa ( $T_{1/2}=22,3$  anos). Dentre os produtos de decaimento da cadeia do urânio é o que causa a maior dose para o público geral, devido à radiação natural<sup>[2]</sup>. Quando absorvido no corpo humano, concentra-se no tecido ósseo com uma meia-vida biológica muito alta. Devido às suas características metabólicas e dosimétricas, é

um isótopo importante do ponto de vista da radioproteção<sup>[3]</sup>.

$^{210}\text{Pb}$  pode ser determinado por vários métodos, entre eles: diretamente por espectrometria gama, considerando o fóton de baixa energia do  $^{210}\text{Pb}$ ; indiretamente por espectrometria alfa a partir da medida de seu produto de decaimento  $^{210}\text{Po}$ ; indiretamente por contador proporcional a partir da medida de seu produto de decaimento  $^{210}\text{Bi}$ ; diretamente ou indiretamente, a partir do  $^{210}\text{Bi}$ , por cintilação líquida (LSC).

Para a construção da curva de calibração e validação da técnica radioquímica é necessária utilização de padrões precisos.

Este estudo apresenta a análise das incertezas associadas à determinação da curva de calibração do  $^{210}\text{Pb}$  por LSC, baseada numa técnica de pré-concentração a partir da determinação simultânea de  $^{226}\text{Ra}$  e  $^{210}\text{Pb}$  por separação química, para duas curvas de calibração: uma considerando somente as contagens do  $^{210}\text{Pb}$  e a outra considerando a soma das contagens do  $^{210}\text{Pb}$  e do  $^{210}\text{Bi}$ .

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Descrição do método

O método utilizado foi a partir da separação radioquímica do  $^{210}\text{Pb}$ , com a sua recuperação na forma de sulfato, sendo o rendimento químico determinado por gravimetria a partir da adição de uma concentração conhecida de  $\text{Pb}^{2+}$  estável. O  $\text{Pb}^{2+}$  foi adicionado no início do procedimento de

separação para quantificação das perdas ocorridas durante o processo de separação e purificação.

Uma atividade conhecida de uma solução padrão de  $^{210}\text{Pb}$  (LNMRI, 03L14), , foi utilizada para a construção da curva de calibração.

Para a construção da curva foram preparadas cinco amostras contendo uma concentração conhecida da solução padrão de  $^{210}\text{Pb}$  e uma branco (sem  $^{210}\text{Pb}$ ), diluídas em água. Após o processo de separação/purificação radioquímica, e determinação do rendimento químico, o precipitado obtido foi transferido para os “vials” de plástico onde foram adicionados água de duas soluções cintiladoras (Insta-Gel Plus e Ultima Golden AB da Perkin Elmer) levando à formação de uma solução de aspecto gelatinoso. As soluções gelatinosas obtidas contendo o  $^{210}\text{Pb}$  foram contadas num Quantulus 1220 (Wallac ultra lowlevel, Perkin Elmer) pelo tempo de 100 min durante 45 dias. O tempo de contagem foi estabelecido tal que a incerteza estatística da

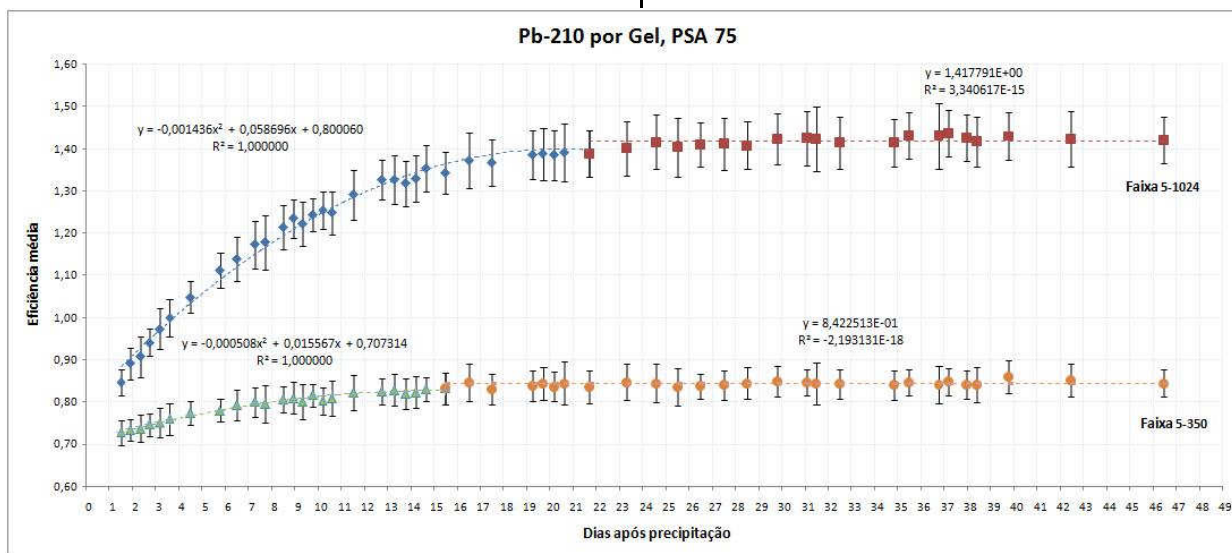


Figura 1 – Curvas de eficiência para a determinação do  $^{210}\text{Pb}$  por LSC. A curva da janela de 5-1024 representa a eficiência das contagens totais de  $^{210}\text{Pb}$  e  $^{210}\text{Bi}$ . A curva da janela de 5-350 representa a eficiência das contagens de  $^{210}\text{Pb}$ . Os desvios plotados são os desvios-padrão das contagens das 5 amostras. Cada equação representa um determinado comportamento da eficiência, que está relacionado com o crescimento do produto de decaimento  $^{210}\text{Bi}$ .

contagem fosse menor que 1%.

## 2.2. Curva de eficiência

A curva de eficiência foi construída a partir da média das eficiências normalizadas para a data de contagem da primeira amostra. Foram analisadas duas possibilidades: a primeira com as contagens somente da janela do  $^{210}\text{Pb}$ , canais 5-350, e a segunda com as contagens da janela contendo  $^{210}\text{Pb}$  e  $^{210}\text{Bi}$ , canais 5-1024, ou seja, a janela correspondente a todo espectro beta.

A figura 1 mostra o gráfico da eficiência para as duas curvas. A melhor curva ajustada, durante o tempo de crescimento do  $^{210}\text{Bi}$  (15 primeiros dias), foi um polinômio de 2º grau, e, após atingido o equilíbrio secular, uma reta. O ajuste foi pelo método dos mínimos quadrados com um  $R^2=1,00$  para a primeira curva de ambas as janelas de contagem e  $R^2= 2,19 \times 10^{-18}$  e  $R^2= 3,34 \times 10^{-15}$  para a segunda curva da janela de 5-350 e a janela de 5-1024 respectivamente. A determinação de uma incerteza resultante relativa a uma curva de calibração  $\epsilon^{[4]}$ :

$$S^2 = \frac{(S_1^2 + S_2^2 + \dots + S_n^2)}{n-f} \quad (1)$$

Em que:

$S_n$  é a diferença do valor real do ponto a ser calibrado para o valor fornecido pela curva de calibração após o ajuste;

$n$  é o número de pontos de calibração;

$f$  será igual ao número de coeficientes do polinômio do ajuste, sendo 2 para uma curva de primeiro grau (reta) e 3 para uma curva de segundo grau, por exemplo.

## 3. RESULTADOS

Aplicando a equação (1) nos dados da curva, obtêm-se uma incerteza de  $s(\epsilon)=0,0081$  para a curva que representa o crescimento dos 15 primeiros dias e  $s(\epsilon)=0,0062$  para a curva que

representa o equilíbrio secular do  $^{210}\text{Pb}$  com o  $^{210}\text{Bi}$  para a janela de 5-350 (contagens referente ao Pb). Já na janela de 5-1024 (contagens totais do Pb e Bi) a incerteza da eficiência para a parte que representa o crescimento do  $^{210}\text{Bi}$  foi de  $s(\epsilon)=0,015$  e para a parte constante da reta foi de  $s(\epsilon)=0,012$ . Para essa curva considerou-se a data de 21 dias após a precipitação como o total crescimento do  $^{210}\text{Bi}$  a fim de se obter um melhor ajuste de curva e menor valor de  $R^2$ .

Comparando-se as variâncias pelo teste F de Snedecor temos que, com  $p=0,05$ , não há diferença estatisticamente significativa entre as variâncias da primeira curva e da segunda curva, exceto quando se compara a variância após 15 dias da janela de contagem de 5-350 ( $s(\epsilon)=0,0062$ ) com a variância da primeira curva para a janela de 5-1024 ( $s(\epsilon)=0,015$ ).

## 4. DISCUSSÃO

Portanto, comparando-se as duas metodologias para a construção da curva de calibração, observa-se que não há diferença estatística entre a utilização da janela referente às contagens do  $^{210}\text{Pb}$  para a janela da soma das contagens do  $^{210}\text{Pb}$  e  $^{210}\text{Bi}$ , nem há uma preferência entre utilizar a curva antes ou depois de alcançado o equilíbrio secular entre o  $^{210}\text{Pb}$  e o  $^{210}\text{Bi}$ , salvo quando comparado a segunda equação da curva referente a janela de 5-350 com a primeira equação da curva referente a janela de 5-1024. Numericamente observamos uma melhor estatística para a curva quando analisado somente as contagem referentes ao  $^{210}\text{Pb}$  (janela de 5-350,  $s(\epsilon)=0,0081$  e  $s(\epsilon)=0,0062$ ).

## 5. CONCLUSÃO

A fim de se ter uma estimativa do valor da incerteza expandida da metodologia aplicada deve-se fazer, ainda, uma avaliação das incertezas de outros parâmetros que são utilizados para a obtenção do valor de atividade

além da curva da eficiência. Portanto esse trabalho apresentado é somente uma etapa para a análise total da incerteza da determinação da atividade de  $^{210}\text{Pb}$  numa amostra, pelo método descrito.

## 6. REFERÊNCIAS

<sup>[1]</sup> IAEA [International Atomic Energy Agency]. 1996. International basic safety standards for protection against ionization radiation and for the safety of radiation sources. Safety series No. 115. Vienna: International Atomic Energy Agency.

<sup>[2]</sup> Smith-Briggs, J.L., Bradley, E.J., 1984. Measurement of natural radionuclides in UK diet. Sci. Total Environ. 35 (3), 431-440

<sup>[3]</sup> Lauria, D.C., Carvalho, L.L., Conti, C.C., 2005. Comparison of different methods for  $^{210}\text{Pb}$  determination in environmental samples. LSC 2005, Advances in Liquid Scintillation Spectrometry, 221-216.

<sup>[4]</sup> Melo, T.C., 2006. Incerteza de medição em ensaios de emissões veiculares – proposta de metodologia de cálculo. <http://www.inmetro.gov.br/metcientifica/palestras/TadeuMelo2.pdf>