

## ESTUDO DO EFEITO DA ADIÇÃO DO DIÓXIDO DE MANGANÊS AO NITRATO DE POTÁSSIO E SUA UTILIZAÇÃO COMO DOSÍMETRO

Ana Maria Sisti Galante\*, Letícia Lucente Campos

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP  
Av. Lineu Prestes 2.242  
05508-900 Butantã, São Paulo, SP, Brasil  
[\\*sgalante@nct.ipen.br](mailto:*sgalante@nct.ipen.br)

### RESUMO

O nitrato de potássio ( $\text{KNO}_3$ ) puro já é utilizado como dosímetro nos processos por radiação e seu intervalo de utilização é de 1 a 150 kGy. Com o objetivo de ampliar o intervalo de dose em que o dosímetro pode ser utilizado, foi adicionado dióxido de manganês ao nitrato de potássio puro e foram confeccionadas pastilhas com 6 mm de diâmetro. Várias composições foram analisadas. O composto obtido, quando irradiado, sofre alterações que são detectadas pela técnica espectrofotométrica, utilizada para a determinação da dose absorvida no material. As pastilhas foram irradiadas em um campo com radiação gama do  $^{60}\text{Co}$ . As características analisadas foram dependência com a taxa de dose, estabilidade de resposta, intervalo de dose de utilização, entre outras.

Keywords: dosimetry, high dose, potassium nitrate, industrial process

### I. INTRODUÇÃO

A decomposição radiolítica dos nitratos foi estudada por vários pesquisadores, mas as pesquisas continuam com a finalidade de intensificar o conhecimento dos efeitos provocados pela radiação nestes compostos [1-6]. O nitrato de potássio puro é um composto que foi caracterizado como dosímetro e pode ser utilizado num intervalo de dose de 1 a 150 kGy [7-8]. Sabe-se que a adição de alguns compostos ao nitrato afeta positivamente sua decomposição melhorando sua resposta, permitindo que se empreguem doses mais elevadas.

A partir de pesquisas anteriores, onde foram utilizados vários compostos adicionados ao  $\text{KNO}_3$  em diversas concentrações, como brometo de potássio (KBr), nitrato de bário  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  e dióxido de manganês ( $\text{MnO}_2$ ), verificou-se que a composição 40% de  $\text{MnO}_2$  + 60% de  $\text{KNO}_3$  apresentou resultados satisfatórios permitindo o emprego em doses mais elevadas [9].

Misturando-se os compostos na proporção citada, foram prensadas pastilhas com 6 mm de diâmetro e foram realizadas irradiações na fonte de  $^{60}\text{Co}$  tipo Gammacell.

O nitrato  $\text{NO}_3^-$  irradiado decompõe-se com a formação de nitrito  $\text{NO}_2^-$ . Uma solução corante é empregada para indicar a presença do íon  $\text{NO}_2^-$  que é determinada através de técnicas espectrofotométricas utilizando o método de Shin modificado [10-13].

O material dosimétrico empregado na forma de pastilhas proporciona melhores resultados dosimétricos, pois, sua dimensão e formato são adequados

não interferindo na geometria do processo de irradiação.

A caracterização da mistura  $\text{KNO}_3$  +  $\text{MnO}_2$  esta em andamento e alguns resultados são mostrados neste trabalho.

### II. METODOLOGIA

**Preparação das pastilhas.** Foi preparada uma mistura na proporção 40% de  $\text{MnO}_2$  e 60% de  $\text{KNO}_3$  em um almofariz, sendo a mistura passada em uma peneira de malha 80 ABNT (abertura da tela = 0,177 mm) para se obter grãos homogêneos. A mistura foi prensada na forma de pastilhas, para isso foi utilizada a prensa da marca Fred Frey (modelo FC5 - n° 2715), com pressão aplicada de 5 toneladas. As pastilhas foram seladas em folhas de polietileno e armazenadas em dessecador até o momento da utilização.

**Irradiação.** Foi utilizada uma fonte gama de  $^{60}\text{Co}$  tipo Gammacell 220, que possui as características seguintes: capacidade útil da câmara de irradiação - 3,6 L; material radioativo - cobalto em forma de pastilhas - encapsuladas - num total de 26 lápis com 7 pastilhas cada dispostos simetricamente na câmara cilíndrica; atividade (março/2002) - 6.902,33 Ci ( $25,6 \times 10^{13}$  Bq) e taxa de dose (março/2002) - 5,67 kGy/h.

**Preparação dos dosímetros para irradiação.** O material dosimétrico (pastilhas) é colocado em um conjunto que

consiste de duas placas de Lucite® de 3 mm de espessura que fornece as condições de equilíbrio eletrônico, entre estas duas placas há uma placa de 1 cm de espessura com três furos onde são colocadas as pastilhas. O conjunto é selado e irradiado.

**Análises espectrofotométricas.** Tanto as pastilhas irradiadas como as não irradiadas são preparadas para análise pelo mesmo método. O método utilizado foi o método de Shin modificado. As pastilhas são dissolvidas em 50 mL de água tri-distilada e são adicionados 20 mL da solução corante indicadora da presença de nitrito. Após aguardar um período de 10 minutos para estabilização da solução são efetuadas medidas em um espectrofotômetro [7,10-13].

**Tri-distilador.** Toda água utilizada para preparação das soluções passou por um processo de purificação, para tanto foi utilizado o tri-distilador da marca Marconi (modelo MA-079) que consiste numa série de caldeiras de vidro boro silicato por onde a água circula.

**Espectrofotômetro.** O equipamento usado é da marca Shimadzu modelo UV 2101PC, opera na região ultravioleta e visível do espectro.

### III. RESULTADOS E DISCUSSÕES

**Dose-Resposta.** As pastilhas foram irradiadas com doses entre 200 e 600kGy na fonte Gammacell. Pastilhas de  $\text{KNO}_3$  com massa de 50 mg foram irradiadas junto com pastilhas de  $\text{KNO}_3$  + composto, sendo que 50 mg de  $\text{KNO}_3$  correspondem a 60% da massa total.

**Estudo do efeito da adição de diferentes compostos ao  $\text{KNO}_3$  puro.** A Fig. 1 mostra a resposta obtida comparando-se pastilhas irradiadas com dose de 300 kGy, de  $\text{KNO}_3$  puro e misturas de  $\text{KNO}_3$  com  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , KBr e  $\text{MnO}_2$  na proporção 40% composto e 60%  $\text{KNO}_3$ . Pode-se observar que a adição de  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  e KBr intensifica a resposta e a adição de  $\text{MnO}_2$  retarda.

**Estudo do efeito da adição de  $\text{MnO}_2$ .** Na Fig. 2 pode-se observar a resposta obtida em pastilhas (40%  $\text{MnO}_2$  + 60%  $\text{KNO}_3$ ) irradiadas com doses entre 200 e 600 kGy.

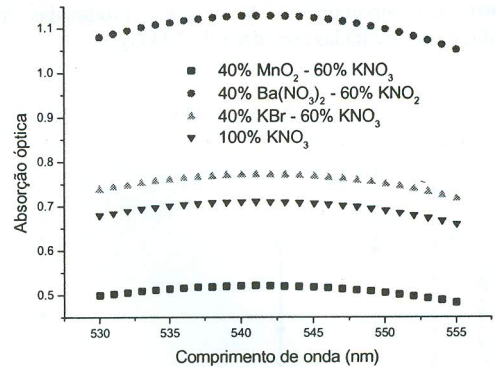


Figura 1. Espectro de Absorção. Intervalo de Comprimento de Onda entre 530 e 555 nm. Pastilhas de  $\text{KNO}_3$  Puro e Misturas com  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ , KBr e  $\text{MnO}_2$  irradiadas com 300 kGy.

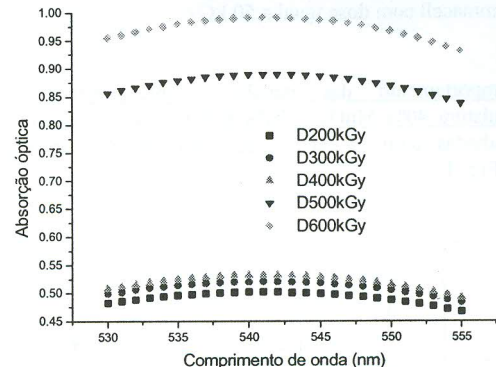


Figura 2. Espectro de Absorção de Pastilhas Confeccionadas com a Mistura 40%  $\text{MnO}_2$  + 60%  $\text{KNO}_3$ , Irradiadas com Doses entre 200 e 600 kGy.

**Varição da resposta com a taxa de dose.** Foram irradiadas pastilhas na fonte Gammacell 220, variando-se a taxa de dose com o emprego de atenuadores de chumbo. Foi estudado o comportamento em três taxas de dose: sem atenuador – 5,65 kGy/h, com atenuação de 50% - 2,83kGy/h e com atenuação de 70% - 1,70 kGy/h.

Comportamento das pastilhas de  $KNO_3$  puro. A Fig. 3 mostra o comportamento de pastilhas produzidas com  $KNO_3$  puro, irradiadas com dose de 50 kGy.

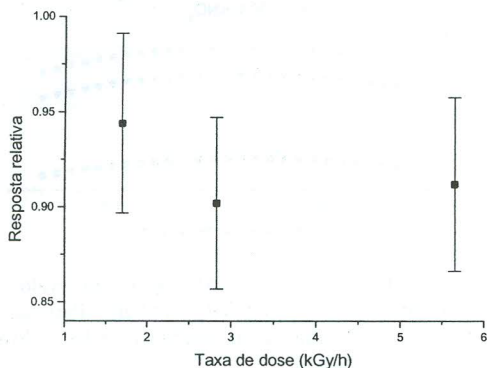


Figura 3. Variação da resposta com a taxa de dose para pastilhas produzidas com  $KNO_3$  puro, irradiadas na fonte Gammacell com dose igual a 50 kGy.

Comportamento das pastilhas confeccionadas com a mistura 40%  $MnO_2$  + 60%  $KNO_3$ . As pastilhas foram irradiadas com 50 kGy, a resposta obtida é mostrada na Fig. 4.

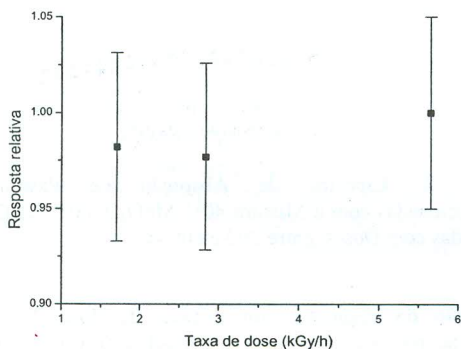


Figura 4. Variação da resposta com a taxa de dose para pastilhas produzidas com a mistura 40%  $MnO_2$  + 60%  $KNO_3$ , irradiadas na fonte Gammacell com dose igual a 50 kGy.

**Estabilidade da resposta após irradiação.** Foi verificada a resposta das pastilhas irradiadas e das soluções preparadas a partir das pastilhas em diferentes condições de estocagem.

#### IV. CONCLUSÕES

A mistura 40%  $MnO_2$  + 60%  $KNO_3$  foi a que apresentou melhores resultados, pois, a adição de  $MnO_2$  retarda a resposta do dosímetro possibilitando seu uso em doses elevadas, o que o torna um dosímetro indicado para o controle dos processos industriais por radiação, onde as doses empregadas são em geral mais elevadas.

A partir das análises das pastilhas pode-se observar que as pastilhas são estáveis, podendo ser armazenadas por longos períodos, desde que em condições adequadas de temperatura e umidade. No entanto, as soluções preparadas com as pastilhas devem ser lidas imediatamente após a adição da solução corante e estabilização.

Após análise dos resultados verificou-se que pastilhas irradiadas com valores de taxa de dose diferentes e com o mesmo valor de dose não apresentam variação da resposta maior que 5%. Por se tratar de dosimetria química onde está envolvida a manipulação de soluções (pesagem de reagentes e preparação) que pode ocasionar fontes de erros a variação encontrada pode estar relacionada com estes fatores.

#### AGRADECIMENTOS

As autoras são gratas à FAPESP (Fundação de Apoio à Pesquisa do Estado de São Paulo) e ao CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico) pelo apoio financeiro e ao IPEN por disponibilizar suas instalações.

#### REFERÊNCIAS

- [1] Patil S. F. and Bedekar, A.G. **Radiation Decomposition of Pure and Barium Doped Potassium Nitrate and Effect of Oxides Thereon.** Radiochimica Acta 38, 165-168 (1985).
- [2] Patil, S.F. and Chiplunkar, N.R. **Influence of Oxides on the Radiolysis of  $RbNO_3$  and  $CsNO_3$ .** Radiat. Phys. Chem., 37(2), 241-244 (1991).
- [3] Batra, R.J. and Garg, A.N. **Gamma Radiolytic Decomposition of Solid Binary Mixtures of Potassium Nitrate with Halide.** Journal of Radioanal. and Nuclear Chemistry, Articles, 129(1), 155-162 (1989).
- [4] Kulkarni, S.P. and Garg, A.N. **Effect of Additives with Common Cation on the Radiolysis of Ammonium, Sodium and Potassium Nitrates in Admixtures.** Radiat. Phys. Chem., 32(4), 609-614 (1988).
- [5] Pogge, H. B. and Jones, F.T. **The Effect of Temperature and Additives in the Radiolysis of Potassium Nitrate.** Journal Physics Chemistry, 74(8), 1700, (1970).

[6] Parwate, D.V. and Garg, A.N. **Effect of outer Cations and Water of Crystallization on the Radiolytic Decomposition of Nitrates.** J. Radioanal. Nucl. Chem. Lett, 85(4), 203 (1984).

[7] Galante, A.M.S. **Caracterização de Compostos Químicos para Dosimetria das Radiações em Processos Industriais.** Dissertação para obtenção do grau de Mestre. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN, São Paulo, Brasil (1999).

[8] Galante, A.M.S., Rzycki, B.M., Campos, L.L., Villavicencio, A.L. **The Response of Potassium Nitrate for High-Dose Radiation Dosimetry.** Radiat. Phys. Chem. 63, 3-6, 719-722 (2002).

[9] Galante, A.M.S., Campos, L.L. **Studies on Optical Absorption Response of Gamma Irradiated KNO<sub>3</sub>.** The 13th International Conference on Solid State Dosimetry July 9 to 13, 2001, Athens-Greece (2001)

[10] Shinn, M. B. **Colorimetric Method for Determination of Nitrite.** Ind. Eng. Chem. Anal. Ed, 13, 33 (1941).

[11] Kershaw, N.F. and Chamberlin, N.S. **Determination of Nitrites.** Ind. Eng. Chem. Anal. Ed., 14, 4 (1942).

[12] Dorda, E.M. and Muñoz, S.S. **Potassium Nitrate/Nitrite Dosimeter for High-Doses.** Proceeding of an International Symposium - High-Dose Dosimetry, Vienna, 1984. IAEA SM 272/1, 193-203 (1985).

[13]. Torres C., R.R. **Medición de Altas Dosis de Radiación Gamma por el Sistema Nitrato-Nitrito de Potasio.** Callao - Peru. Tese (para obter el título de Ingeniero Químico) Universidade Nacional del Callao. Facultad de Ingeniería Química (1993).

#### ABSTRACT

The pure potassium nitrate (KNO<sub>3</sub>) is already used as dosimeter in the radiation processing and its useful range is between 1 and 150 kGy. With the purpose of increase the dose range, manganese dioxide was added to the pure potassium nitrate and pellets with 6 mm diameter were produced. Several compositions were analyzed. When the obtained composition is irradiated, chemical modifications occur, and are detected by the spectrophotometric technique that is used to determine the absorbed dose in the material. The pellets were irradiated in a field with gamma radiation of <sup>60</sup>Co. The analyzed characteristics were the dose rate dependence, the response stability and the dose range.