

El error de composición en la determinación de la densidad con instrumentos nucleares

ANDRES GOMEZ PITARCH (*)

RESUMEN. Se define la naturaleza y origen del error de composición que surge como consecuencia de la necesidad de disponer, en la práctica, de una curva única de calibración para la determinación de densidades sea cual fuere la composición química de la muestra.

Se justifica el empleo de una constante B de calibración para un «suelo medio», que es la media armónica de los valores B_c y B_g asociados a los patrones de caliza y granito.

Se deduce la invariabilidad con el transcurso del tiempo, tanto de los valores de B como de los errores E_c de composición, correspondientes a un instrumento dado y a una posición determinada de la fuente radiactiva, y se calculan los valores teóricos de E_c que resultan ser proporcionales a las densidades asociadas.

Finalmente, se comprueba si los valores E_c calculados cumplen las tolerancias exigidas por las normas ASTM y se hacen unos comentarios de interés para completar el estudio del error de composición.

COMPOSITION ERROR IN DETERMINING THE DENSITY OF NUCLEAR INSTRUMENTS

ABSTRACT. A definition is provided of the nature and origin of composition error arising from the need to have, in practice, one single calibration curve to determine density, whatever the chemical composition of the sample.

Justification is made for the use of a calibration constant B for an «average soil», which is the harmonic mean of the values B_c and B_g associated with limestone and granite.

A deduction is made of its invariability in time, as well as the values of B and the composition errors E_c , corresponding to a given instrument and a particular position of the radioactive source, and the theoretical values of E_c which happen to be proportional to the associated densities, are calculated.

Finally, a check is made, to see whether the calculated E_c values fulfil the tolerance levels required by the A.S.T.M., and comments of interest are made to complete the error composition study.

INTRODUCCION

Se ha demostrado que la respuesta a la radiación emitida por una fuente radiactiva (gamma) depende no sólo de la densidad de la muestra, sino también de su composición química; de modo que en el canal de densidad una curva de calibración determinada será válida, únicamente, para una composición química concreta.

Para salvar este inconveniente algunos autores (1) incluyen en su modelo de calibración dos parámetros fácilmente calculables si se conoce la composición química elemental de la muestra. El modelo de Gardner es el siguiente:

$$Q = C' \rho^{a+b} C_p^{c+P} P^b$$

en donde Q es el conteo cociente; ρ la densidad; a , b y c las constantes de calibración, y C' y P' dos parámetros que vienen dados por:

$$C' = \sum_{i=1}^n w_i \frac{Z_i}{A_i} \quad ; \quad P' = \sum_{i=1}^n w_i \frac{Z_i^2}{A_i}$$

siendo w_i el tanto por uno (en peso) del elemento químico i presente en la muestra; Z_i el número atómico, y A_i la masa atómica.

CURVA UNICA DE CALIBRACION

La aplicación de la ecuación de Gardner tiene el inconveniente de que para conocer las constantes a , b y c , hay que partir de patrones de densidad y composición conocidos con suficiente exactitud. Ni que decir tiene que precisamos conocer también los valores de C' y P' asociados a la muestra. Claro es que puede establecerse una curva única de calibración considerando los valores

(*) Licenciado en Ciencias Físicas. Diplomado en Estadístico General. MOPT. Dirección General de Carreteras. Servicio de Tecnología de Carreteras.

C' y P' asociados a un «suelo medio», con lo que llegaría a una ecuación no lineal en ρ que puede resolverse como se indica más adelante.

La ecuación de calibración que utiliza Troxler es la siguiente:

$$Q = Ae^{-B\rho} - C$$

la cual incluye las constantes A y C , que dependen de las características geométricas de cada instrumento concreto (para cada una de las distintas posiciones de la fuente radiactiva), y la constante B , que depende de la composición química de la muestra.

El problema de establecer una curva única de calibración la aborda Troxler de un modo original (2). Se toman conteos sobre patrones de aluminio y magnesio y sobre un tercero formado por láminas alternativas, y muy delgadas, de ambos metales. De esta manera y por una propiedad singular de estos dos metales, se puede determinar una «curva de calibración metálica» considerando, para ello, las densidades «aparentes» de los tres patrones. Se anotan los valores hallados para las constantes A y C , y se hace caso omiso de la constante B . Se llevan a cabo a continuación conteos sobre patrones de caliza y granito, ambos de densidades ρ_c y ρ_g conocidas, lo que nos va a permitir calcular los valores B_c y B_g asociados.

Ahora bien, la mayoría de los suelos con que nos vamos a encontrar tienen valores B asociados que están comprendidos entre B_c y B_g . Pues bien, lo que hace Troxler es considerar una curva de calibración única, con los parámetros A y C ya calculados y un valor para B que es la media aritmética de B_c y B_g . De este modo, se supera la dificultad debida a las distintas composiciones químicas, pero, sin embargo, habremos introducido un «error de composición» o «error químico» que habrá que acotar.

Escribamos la ecuación de calibración que emplea Troxler en la forma $Y = a + b X$, es decir, $\ln(Q+C) = \ln A - B\rho$.

Las curvas de calibración serán, ahora, rectas de pendiente igual a $(-B)$.

Establecidas en el proceso de calibración las rectas correspondientes a la caliza y al granito, parece natural elegir, para un «suelo medio», aquella que pasa por el punto $(0; \ln A)$ y por el punto medio del segmento MN . Se cumple entonces (figura 1):

$$\rho_c \operatorname{tg} \alpha = \rho_c B_c = \rho'_c \operatorname{tg} \theta = \rho'_c B = \rho'_g \operatorname{tg} \beta = \rho'_g B_g$$

de lo que se deduce fácilmente que:

$$B = \frac{1}{\frac{1}{2} \left(\frac{1}{B_c} + \frac{1}{B_g} \right)}$$

es decir, que el valor B (suelo medio) es la media armónica de B_c y B_g (aunque Troxler utiliza la media aritmética, la diferencia entre ambas medias es prácticamente despreciable en nuestro caso).

EL ERROR DE COMPOSICION

Vamos a acotar ahora el error de composición E_c , correspondiente a un conteo cociente Q_c (o sea, a una densidad ρ_c):

$$\begin{aligned} E_c &= \frac{\overline{MN}}{2} = \frac{1}{2} (\rho'_c - \rho_c) = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{B_g} - \frac{1}{B_c} \right) \ln \frac{A}{Q_c + C} = \\ &= \frac{1}{2} \left(\frac{1}{B_g} - \frac{1}{B_c} \right) \rho'_c B = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{B_g} - \frac{1}{B_c} \right) \rho'_c \frac{2}{B_c + B_g} B_c B_g = \\ &= \rho'_c \frac{B_c - B_g}{B_c + B_g} \end{aligned}$$

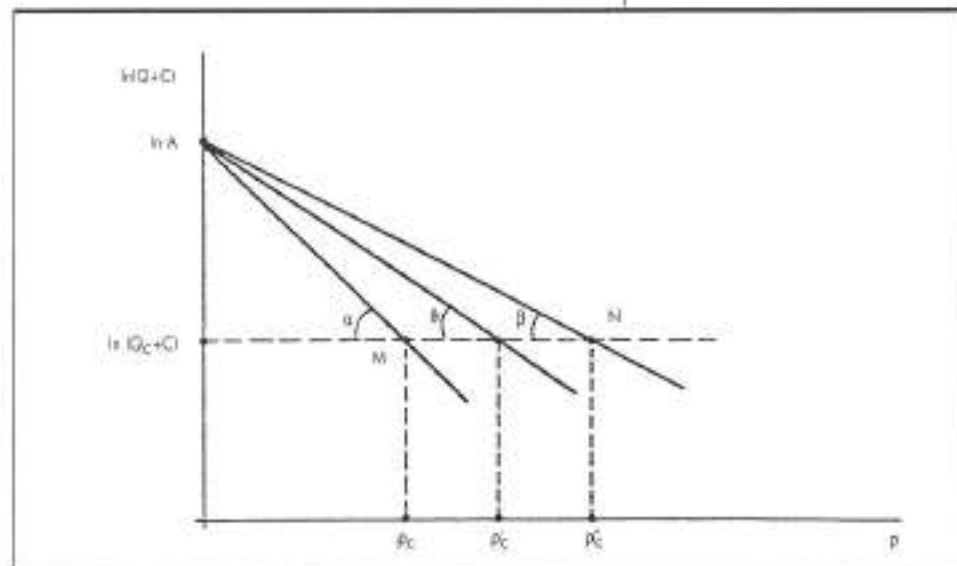


FIGURA 1.

En general, pues, para dos cocientes de conteo Q_i y Q_j , resultará:

$$\frac{E_{ci}}{E_{cj}} = \frac{\rho'_i}{\rho'_j}$$

lo que nos permite decir que, para un instrumento dado y para una determinada posición de la fuente radiactiva, los errores de composición son proporcionales a las densidades a las que están asociados, hecho importante que podríamos haber constatado, por otra parte, sin más que observar la figura.

Una vez determinado el valor de B , éste permanecerá constante ya que depende únicamente de la composición química de la muestra. Esto nos permitirá simplificar considerablemente el proceso de recalibración y, además, y puesto que B_c y B_g no se alteran con el tiempo (salvo que se sustituya la fuente radiactiva, en cuyo caso habría que recalibrar el instrumento), los valores de E_c permanecerán inalterables a lo largo de la vida útil del instrumento.

Para evaluar los errores de composición de un instrumento dado, a partir de los datos de calibración, bastará pues calcular E_c para una densidad cualquiera, ya que es inmediata su obtención para cualquier otra densidad.

En la tabla 1 se presentan los valores calculados para B_c y B_g correspondientes al instrumento Troxler, modelo 3411-B, n.º de serie 4100.

Ya podemos ahora calcular los valores de E_c para distintas posiciones (h) de la fuente. Se exponen en la tabla 2 los valores obtenidos en kg/m^3 .

Nótese la apreciable disminución del error de composición en las posiciones de transmisión directa ($h = 5$ a 30 cm) respecto a la posición de retrodispersión ($h = 0$).

Finalmente, hay que hacer la advertencia importante de que el valor B (suelo medio) considerado, no es el que proporciona el fabricante Troxler en su protocolo de ca-

libración. Se confía en volver sobre esta cuestión en otro momento.

TOLERANCIAS PARA EL ERROR DE COMPOSICIÓN

La norma ASTM, D-2922, establece que el error de composición de un instrumento nuclear para la determinación de densidades, en superficie, no deberá ser mayor que $\pm 2,5\%$ (en retrodispersión), ni mayor que $\pm 1,2\%$ (en transmisión directa, para $h = 15$ cm).

Se observa que los errores E_c calculados en nuestro ejemplo, para la posición de retrodispersión, están por debajo del límite superior establecido en la norma. En cambio, para la posición $h = 15$ cm, el error calculado supera ligeramente el tope del $1,2\%$.

A este respecto hay que decir que el instrumento considerado en este artículo es el que figura como ejemplo en el Manual de Instrucciones y es posible, por tanto, que se trate de un prototipo. A buen seguro, el fabricante habrá advertido esta deficiencia como lo

H (cm)	DENSIDADES EN kg/m^3					
	1.200	1.500	1.800	2.100	2.400	2.700
0	26,0	32,5	39,1	45,6	52,1	58,6
5	18,2	22,7	27,3	31,8	36,4	40,9
10	16,6	20,8	24,9	29,1	33,2	37,4
15	15,4	19,3	23,1	27,0	30,8	34,7
20	14,8	18,5	22,2	25,9	29,6	33,3
25	10,5	13,1	15,7	18,3	21,0	23,6
30	11,2	14,0	16,9	19,7	22,5	25,3

TABLA 2.

H (cm)	DATOS DE CALIBRACIÓN					
	A	C	$Q_c = R_d/R_s$	$Q_g = R_g/R_s$	B_c	B_g
0	2,95742	-0,05440	0,257000	0,208288	0,0011701	0,0011204
5	9,19389	0,03324	0,826245	0,617957	0,0010344	0,0010035
10	12,05120	0,05687	0,778626	0,549618	0,0011649	0,0011331
15	13,89688	0,02334	0,571065	0,380952	0,0013757	0,0013408
20	14,96618	-0,00460	0,351872	0,222828	0,0016427	0,0016027
25	15,46284	-0,00902	0,213377	0,124682	0,0018884	0,0018557
30	15,65059	-0,01493	0,112686	0,065431	0,0022155	0,0021744

TABLA 1.

demuestra el hecho de que, calculados los valores E_c a 15 cm de profundidad de la fuente, para los instrumentos Troxler del mismo modelo, números de serie 7570, 7180, 7574, 6706 y 4344 (se omiten los cálculos), en todos los casos está E_c por debajo del límite máximo exigido.

COMENTARIOS FINALES

Ya hemos visto cómo gracias al empleo de los patrones de caliza y granito podemos evaluar el error de composición para la mayoría de los suelos con que nos vamos a encontrar. Por otra parte, hemos llegado a la conclusión de que, para un instrumento concreto, dichos errores son proporcionales a las densidades asociadas y permanecen constantes con el transcurso del tiempo.

Para completar el estudio habría que abordar dos cuestiones que, aunque a partir del protocolo de calibración no pueden resolverse, sí merece la pena comentar:

1. ¿Cómo evitar o, al menos, reducir el error de composición?

En el caso teórico de superficies planas y lisas, podríamos tomar conteos sobre la muestra con dos instrumentos nucleares, con lo que:

$$Q_1 = C' \rho^{10^{a_1+b_1} C' p^{c_1} P'}$$

$$Q_2 = C' \rho^{10^{a_2+b_2} C' p^{c_2} P'}$$

Tomando $C' = 0,5$ (lo que es suficientemente aproximado para la mayoría de los suelos con que nos vamos a encontrar y eliminando P' , llegaríamos a una ecuación en ρ y $\log \rho$ cuya solución puede conseguirse, mediante la técnica de Newton-Raphson (u otra análoga), obteniéndose así para ρ un valor que, al no depender de P' , estaría exento de error de composición.

Sin embargo, la resolución aproximada de ecuaciones tiene el inconveniente de que tenemos que partir de un valor inicial para ρ y el proceso puede ser largo o, lo que es peor, no convergente. Por esta razón es preferible utilizar la siguiente expresión para $\log \rho$ que, para la gama de densidades de interés, resulta ser sorprendentemente aproximada (1):

$$\log \rho = 3,31855 + 0,86859 \left(\frac{\rho - 2,082,34}{\rho + 2,082,34} \right)$$

si utilizamos el sistema SI de unidades, es decir, cuando ρ viene expresado en kilogramos por metro cúbico.

Si se conocen las constantes de calibración (Gardner y Troxler) es posible hallar una expresión analítica para la constante B de la fórmula Troxler (3) asociada a la composición química de la muestra, con lo que evitaríamos el error de composición. Esto tiene, claro está, el inconveniente de que habría que conocer la composición química de la muestra.

En todo caso siempre podrá reducirse el error de composición sólo con saber si el suelo es «más bien calizo» o «más bien silíceo». En efecto, elegiremos, según los casos, la media armónica de B_c y B_o o de B_g y B_y

emplearemos para nuestro suelo los valores B siguientes:

$$B'_1 (\text{calizos}) = \frac{1}{\frac{1}{2} (B_c + B_o)} ;$$

$$B'_2 (\text{silíceos}) = \frac{1}{\frac{1}{2} (B_g + B_y)}$$

o sea:

$$B'_1 (\text{calizos}) = \frac{2 (B_c + B_o)}{B_c^2 + 3 B_c B_o} ;$$

$$B'_2 (\text{silíceos}) = \frac{2 (B_g + B_y)}{B_g^2 + 3 B_g B_y}$$

A título meramente orientativo digamos que los caracteres «más bien calizo» y «más bien silíceo» pueden estar ligados, de alguna manera, al pH del suelo (4), aunque esta afirmación debe contrastarse antes de hacer uso de ella con toda generalidad.

De nuevo hay que hacer la salvedad de que los valores B' hallados deben ser ligeramente modificados para su empleo en obra.

Hasta hace unos años se venía utilizando la técnica conocida como «espacio de aire» (air gap) para reducir el error de composición. En la actualidad está ya en desuso pues, aunque efectivamente permitía reducir este error, se ha comprobado que es más sensible a las irregularidades superficiales de la muestra, aparte de que disminuye la precisión de las determinaciones como pusimos de manifiesto en un artículo anterior.

2. Podemos preguntarnos si será posible asignar un error de composición común para todos los instrumentos de la misma marca y modelo, es decir, si, para un valor de λ dado, las posibles discrepancias de E_c , entre los instrumentos, pueden atribuirse únicamente a los errores aleatorios, con un cierto margen de confianza.

Se confía abordar esta cuestión en un próximo artículo y en un contexto general. Adelantemos no obstante, por los resultados obtenidos en un estudio preliminar (3) que la respuesta parece ser positiva para el modelo Troxler 3411-B, pero no podemos decir lo mismo para el modelo Troxler 2401.

REFERENCIAS

- GARDNER y ROBERTS. «Density and moisture content measurements by nuclear methods». National Cooperative Highway Research Program. Report 43 (1967).
- Troxler Laboratories. «3400-B Series, Instruction Manual».
- GOMEZ PITARCH, A. «El error experimental en la determinación de la densidad por métodos nucleares». Memoria fin de estudios. Instituto Universitario de Estadística e Investigación Operativa. Universidad Complutense de Madrid (1988).
- WILLIAMSON y WITCZAK. «Factors influencing the application of nuclear techniques to soil compaction control». Highway Research Record, núm. 177 (1967).