



Informe Científico Tecnológico 2008

Instituto Peruano de Energía Nuclear



FÍSICA Y QUÍMICA

CIENCIA DE LOS MATERIALES

INGENIERÍA NUCLEAR

**APLICACIONES EN MINERÍA, INDUSTRIA Y
MEDIO AMBIENTE**

APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA

**SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCIÓN
RADIOLÓGICA**

ASPECTOS GENERALES



INFORME CIENTÍFICO TECNOLÓGICO 2008

INSTITUTO PERUANO DE ENERGÍA NUCLEAR – IPEN

Presidente: Dr. Conrado Seminario Arce
Director Ejecutivo: Ing. Iván Llamas Montoya
Comité Editor: Antonio Prado Cuba (Presidente)
Julio Santiago Contreras
Justo Rojas Tapia
Bertha Ramos Trujillo
Mariano Vela Mora
Emma Castro Gamero
Carátula Carlos Linares Álvarez

ISSN 1684-1662 Hecho el Depósito Legal en la Biblioteca Nacional del Perú N° 2010-04861
Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú
Lima 2010 abril

© Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN)

Telefax 2252459
Página Web: <http://www.ipen.gob.pe>
E-mail: postmaster@ipen.gob.pe

Se permite la reproducción parcial y referencial, con la obligación de citar la fuente “**Informe Científico Tecnológico 2008**” del Instituto Peruano de Energía Nuclear.

Los trabajos publicados en el Informe Científico Tecnológico 2008 han sido desarrollados en el IPEN; en algunos casos, en colaboración con otras instituciones nacionales y extranjeras. Los editores señalan explícitamente que el contenido, métodos y resultados expuestos por los autores de los artículos, son de su responsabilidad.

Impreso en Lima - Perú

Abril 2010

CONTENIDO

	Página
PRESENTACIÓN	V
ÍNDICE DE TRABAJOS	VII
I. FÍSICA Y QUÍMICA	1
II. CIENCIA DE LOS MATERIALES	85
III. INGENIERÍA NUCLEAR	121
IV. APLICACIONES EN MINERÍA, INDUSTRIA Y MEDIOAMBIENTE	195
V. APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA	245
VI. SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCIÓN RADIOLÓGICA	265
VII. ASPECTOS GENERALES	287
ANEXOS	309
ÍNDICE DE AUTORES	335

PRESENTACIÓN

El Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) continuando con la serie anual iniciada en el año 2001, se complace en presentar su Informe Científico Tecnológico (ICT). Esta publicación contiene los resultados de las diversas actividades de investigación y gestión desarrolladas por la institución durante el año 2008.

El ICT cumple con el rol de divulgación científica de los resultados obtenidos en los experimentos y estudios donde se utiliza, directa o indirectamente, las radiaciones ionizantes en algunas de sus formas y en los diferentes campos de la ciencia y la tecnología. Se espera que este esfuerzo que se realiza tenga una buena acogida en el mundo científico, empresarial, político y público en general.

Con el propósito de facilitar la consulta del ICT por parte de los interesados, los trabajos se han agrupado en categorías temáticas, tales como: Física y química; ciencia de los materiales; ingeniería nuclear; aplicaciones en minería, industria y medioambiente; aplicaciones en medicina y biología; seguridad nuclear y radioprotección; y aspectos generales.

En la sección de Física y Química se reportan principalmente trabajos de análisis de diversos materiales (fragmentos del meteorito de Carancas, fragmentos de vasijas arqueológicas, minerales de uranio, sedimentos del río Chillón, etc.) por técnicas analíticas nucleares y afines. En Ciencia de los Materiales predominan los trabajos con materiales compuestos polímeros-nanopartículas metálicas y polímero-madera obtenidos por radiación gamma. En cambio, en la sección de Ingeniería Nuclear prevalecen los trabajos de simulación de funcionamiento del reactor nuclear RP-10 en diferentes condiciones, mejoramiento de algunas de las facilidades anexas a esta instalación para optimizar los procesos en la producción de los radioisótopos.

En la sección de Aplicaciones, destacan la utilización de los rayos gamma inmediatos y rayos X en la minería. Igualmente, se aprecian los estudios de levantamiento de línea de base radiológico ambiental en zonas uraníferas específicas en Bayovar y Puno, que sustentaran los estudios de impacto ambiental para la actividad minera de la zona. Los trabajos sobre aplicación de las radiaciones ionizantes en biología se han concentrado en el estudio del efecto de la radiación gamma en productos naturales y medicamentos sintéticos.

También se presentan artículos sobre la Seguridad Nuclear y Protección Radiológica, al igual que aspectos generales de gestión, relacionados con el campo nuclear.

Agradecemos a todos los autores que se han esforzado por presentar sus trabajos; de igual manera, a las diversas entidades con las que se están realizando proyectos conjuntos de investigación. Esperemos que esta tendencia siga incrementándose para que nuestros trabajos sean cada vez más competitivos, por el bien de la comunidad científica y el país.

Los Editores

Índice de Trabajos

	Página
I. FÍSICA Y QUÍMICA	1
1. Análisis por activación neutrónica y difracción electrónica de fragmentos del meteorito de Carancas, Puno Alcides López, Jacinto Valencia, Patricia Bedregal	3
2. The most compact scission configuration of fragments from low energy fission of ^{234}U and ^{236}U Modesto Montoya, Justo Rojas	9
3. Evaluación y caracterización de una fuente de Am-241 usada como generador de partículas alfa para el análisis por emisión de rayos-x característicos Eduardo Cunya, Marco Munive, Paula Olivera	14
4. Estudio arqueométrico de piezas metálicas provenientes del museo Inka-UNSAAC Paula Olivera, Alcides López, José Solís, Carmen Gutiérrez, Julio Santiago	19
5. Identificación de pigmentos empleados en cerámica Nasca ornamental por difracción y fluorescencia de rayos X Paula Olivera, Luisa Vetter, Susana Petrick	23
6. Factibilidad del análisis por activación neutrónica de cerámicos arqueológicos enteros. Parte 1: Precisión de resultados y seguridad radiológica del proceso Patricia Bedregal, Marco Munive, Pablo Mendoza, Ángel Revilla, Javier Gago, Isaac Cohen, Eduardo Montoya	28
7. Análisis químico y cristalográfico de depósitos calcáreos acumulados en tanques de termas eléctricas domésticas con tratamiento magnético Alcides López, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Jorge Martínez, Rubén Rojas, Julio Santiago	36
8. Análisis y evaluación de sedimentos del río Chillón mediante técnicas espectroscópicas de rayos x Bibiano Miramira, Elvira Zeballos, Heber Chui, Edilberto Valencia, Paula Olivera, Yezeña Huaypar	41
9. Análisis por activación neutrónica del uranio basado en el método del <i>ksubcero</i> (AANI-k_0) en varios materiales Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Eduardo Montoya, Blanca Torres	47
10. Validación del proceso de esterilización por calor seco empleando como indicador biológico esporas de <i>Bacillus atropheus</i> Roberto Koga, Carlos Novoa	51
11. Estimación de la sensibilidad en detección de boro mediante análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos Marco Munive, Javier Gago	55
12. Producción de ^{177}Lu de alta actividad específica a partir de ^{176}Yb: Estudio preliminar Eleazar Aliaga, Jesús Miranda, María Benites, Bertha Ramos	59
13. Determinación de uranio mediante radiometría gamma. Primera parte: Evaluación metodológica Pablo Mendoza, Patricia Bedregal, Blanca Torres, Marco Ubillús, Eduardo Montoya	63
14. Un método para el redondeo y la expresión automática de cifras significativas en resultados experimentales Eduardo Montoya, Isaac Cohen, María Fornaciari, Patricia Bedregal, Blanca Torres	68

15. k_0-based instrumental neutron activation analysis using MS-Excel and Canberra Genie-2000	75
Eduardo Montoya, José Pardo, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Patricia Bedregal, Blanca Torres	
16. Experiencias en la aplicación de técnicas químicas sencillas para determinar áreas de actividad en un sitio arqueológico	79
Paula Olivera	
II. CIENCIA DE LOS MATERIALES	85
17. Síntesis radiolítica y actividad antimicrobiana de hidrogeles de alcohol polivinílico conteniendo nanopartículas de plata	87
Julieta Cabrera, Kety León, Julio Santiago	
18. Transformaciones estructurales en las nanopartículas de plata durante el enfriamiento ultrarrápido	91
Justo Rojas, Modesto Montoya, Iván Lobato	
19. Primeros registros de patrones de difracción de polvo de níquel y óxido de itrio en el difractómetro de neutrones “Amauta”	96
Marco Munive, Oscar Baltuano, Javier Gago, Yuri Hernández, Rolando Arrieta	
20. Preparación y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico-<i>Aloe vera</i> por radiación gamma	102
Kety León, Julio Santiago	
21. Incremento de la durabilidad de compuestos madera-polímero procesadas por radiación gamma frente al hongo <i>Polyporus sanguineus</i>	108
Javier Gago, Kety León, Alcides López, Marco Munive, Juan Rodríguez	
22. Procesamiento automatizado de datos generados mediante dinámica molecular	114
Justo Rojas, Iván Lobato	
III. INGENIERÍA NUCLEAR	121
23. Determinación del tiempo muerto de la cadena de arranque de un reactor nuclear	123
Agustín Zúñiga, Emilio Veramendi, Arturo Ramón, Edgar Ovalle, Fernando Ramos	
24. Seguimiento de la potencia del reactor RP-10 por activación del agua refrigerante	131
Mariano Vela, José Castro, Rolando Arrieta, Alberto Salazar, Agustín Urcia	
25. Potencia máxima del reactor RP-10 refrigerado por convección natural	134
Alberto Gallardo	
26. Método de calibración de barras de seguridad por comparación con barras de control calibradas	138
Rolando Arrieta, Agustín Urcia, Alberto Salazar, José Félix, Dionisio Canaza, Emilio Veramendi, Edgar Ovalle, Roberto Giol, Luis Zapata, Fernando Ramos, Mariano Vela	
27. Desarrollo de un escalímetro multicanal con conexión USB para supervisión y registro del flujo de neutrones en los conductos de irradiación del reactor RP-10	141
Oscar Baltuano	
28. Analizador multicanal con interfaz USB para aplicaciones con detectores de centelleo	146
Oscar Baltuano	
29. Modernización electrónica del sistema neumático finlandés “Rabbit”	152
Oscar Baltuano, Javier Gago	

30. Desarrollo de control electrónico para el Sistema neumático del Laboratorio 29	157
Oscar Baltuano, Javier Gago, Yuri Hernández	
31. Programa de control de calidad del agua en el sistema secundario de refrigeración del reactor RP-10	162
Iván Babiche, Constantino León, Ángel Revilla	
32. Modernización del analizador automático de muestras de uranio “RAPIDURAN”: Primera Parte	169
Javier Gago, Oscar Baltuano, Eduardo Montoya, Marco Munive, Patricia Bedregal, Yuri Hernández, Pablo Mendoza, Mario Mendoza, Marco Ubillús, Blanca Torres	
33. Calificación de áreas limpias en ambientes destinados a la producción de agentes para radiodiagnósticos (ARD) según norma internacional	175
Roberto Koga, Carlos Novoa, Max Medina	
34. Diseño y construcción de áreas limpias para la producción de agentes de radiodiagnóstico	179
Guilmer Agurto, Ingrid Petzoldt, Max Medina, Eleazar Aliaga, Roberto Koga	
35. Desarrollo de un sistema semiautomatizado para la extracción de la fase orgánica en la producción de solución de Na^{99m}TcO₄	183
Ramos Martínez, Jesús Miranda, Luis Cavero, Luis Huatay, Max Medina	
36. Diseño, modificación y equipamiento de un recinto blindado para la producción de solución de Na^{99m}TcO₄ en la Planta de Producción de Radioisótopos	186
Jesús Miranda, Manuel Castro, David Carrillo, Luis Cavero, Ramos Martínez, Jorge Herrera, Arturo Portilla, Manuel Otero, Luis Huatay, Alberto Ramos	
37. Sistema de supervisión del proceso de sublimación de la celda de producción de ¹³¹I	191
Ever Cifuentes, José Pardo, Jorge Herrera, Elías Ocaña, Ramos Martínez	
IV. APLICACIONES EN MINERÍA, INDUSTRIA Y MEDIOAMBIENTE	195
38. The optimization of gamma spectra processing in prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA)	197
Jean-Louis Pinault, José Solís	
39. Análisis <i>in situ</i> de una cantera de caliza usando análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos	209
César Zanabria, Rafael Medina, Leoncio Gilvonio, Marco Munive, Oscar Baltuano, José Solís	
40. Control operacional en medidores nucleares utilizados en minería	216
Mario Mallaupoma, Edgard Medina, Bruno Mendoza, Luis Huatay	
41. Diseño de un almacén centralizado para medidores nucleares en la gran minería que permita cumplir la norma ISO 14000	220
Mario Mallaupoma, Javier Gago	
42. Determinación de interfases en columnas de relleno utilizando fuentes radiactivas	224
Gerardo Maghella, Enoc Mamani, José Maguiña, Jorge Condori	
43. Medidor digital de alto voltaje no invasivo para generadores de rayos-X de uso médico. Informe Preliminar	228
Eduardo Cunya, Ricardo Ruíz, Ever Cifuentes	
44. Estudio de línea base radiológico ambiental en las zonas uraníferas de Macusani y Corani, Región Puno: Informe preliminar	231
Susana Gonzáles, José Osoreo, Edith López, Jorge Martínez, Raúl Jara, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Blanca Torres	

45. Estudio de línea base radiológica ambiental en el área de influencia del proyecto Bayovar: Radiactividad beta global en suelo superficial	235
José Osores, Raúl Jara	
46. Estudio de línea base radiológica ambiental en el área de influencia de un laboratorio de pruebas de lixiviación de uranio en Juliaca, Puno	239
José Osores, Susana Gonzáles, Jorge Martínez, Edith López, Raúl Jara	
V. APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA	245
47. Efecto de la radiación gamma en la actividad antioxidante del aceite de higuera: Reporte preliminar	247
Fabio Espichán, Arthur Álvarez, Johan Vela, Kety León, Julio Santiago	
48. Descontaminación microbiana de pprika en polvo (<i>Capsicum annuum L.</i>) mediante la tecnologa de irradiacion	252
Johnny Vargas, Marco Linares, Monica Vivanco, Emma Castro, Flor Quispe	
49. Irradiacion del omeprazol con rayos gamma para uso medico-farmaceutico: Estudio preliminar	256
Emma Castro, Marco Linares, Johnny Vargas, Monica Vivanco	
50. Irradiacion de concha de nacar para aplicaciones cosmeticas: Estudio preliminar	260
Emma Castro, Marco Linares, Johnny Vargas, Monica Vivanco	
VI. SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCION RADIOLOGICA	265
51. Analisis de ²³²Th en muestras de oxido de estano por espectrometra gamma de alta resolucion	267
Jose Osores	
52. Aspectos operacionales del control radiologico en la Planta de Produccion de Radioisotopos: Perodo 2004-2008	271
Andres Corahua, Jesus Miranda, Mara Benites	
53. Evaluacion radiometrica de lodos en la Planta de Tratamiento de Efluentes Cloacales (PTEC)	274
Genaro Rodriguez, Walter Cruz, lvaro Aguirre, Mario Mallaupoma	
54. Sistema de monitorizacion para radioproteccion en la Planta de Produccion de Radioisotopos del IPEN	278
Pablo Arias, Andres Corahua, Jose Paez, Ramos Martinez, Alberto Ramos	
55. Calibracion del sistema de radiometra beta de centelleo plastico LAS-3A con ⁹⁰Sr + ⁹⁰Y	281
Jose Osores	
56. Calibracion del sistema de radiometra de bajo fondo LB-4110 para determinacion de actividad beta total	284
Jose Osores	
VII. ASPECTOS GENERALES	287
57. Proyecto instalacion de un ciclotron para la produccion de radioisotopos orientados al diagnostico precoz en enfermedades oncologicas	289
Carlos Gayoso, Manuel Castro, Lourdes Zegarra	

58. El Sistema de la calidad en los laboratorios de técnicas analíticas nucleares y complementarias del IPEN: Balance de 12 años	295
Blanca Torres	
59. Experience of the international network in radiation protection	301
Eduardo Medina	
60. Nuevas evidencias de la favorabilidad y potencial uranífero del Perú	305
Jacinto Valencia	

I. Física y Química

Análisis por activación neutrónica y difracción electrónica de fragmentos del meteorito de Carancas, Puno

Alcides López^{1,*}, Jacinto Valencia², Patricia Bedregal¹

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Dirección de Aplicaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

En este trabajo se presentan los resultados del análisis cuantitativo elemental realizados por Activación Neutrónica (AAN), análisis cualitativos por Difracción de Electrones (DE) y Microscopia Electrónica de Transmisión (MET) de fragmentos del meteorito de Carancas-Puno, encontrándose, con excepción del Si, un alto porcentaje de Fe (26%), Mg (12,5%), Ni (1,8%), Ca (1,1%) y Al (1%), mientras que en la muestra terrena QA se observa alto contenido de Mg (9,2%), Al (5,17%), Ca (6,4%), La y Sm, así como valores bajos de Fe (2,64%) y Mn (955 ppm), resultando claramente diferente a las del meteorito. Por medio de la difracción de electrones se aprecia en las muestras del meteorito fases con alto grado de cristalización cuyos patrones de difracción monocristalinos muestran coincidencias con el Cuarzo, Piroxeno, Kamacita, Feldespato, Contrita y Troilita, de donde concluimos que el meteorito se trata de una fase silicatada pudiendo ser una Condrita. La presencia de materiales radiactivos fue totalmente descartada.

Palabras clave: Meteorito de Carancas-Puno, Activación Neutrónica, Difracción Electrónica

Abstract

In this work the results of a quantitative analysis by Neutron Activation (NAA), qualitative analysis by Electron Diffraction (ED) and Transmission Electron Microscopy (TEM) of samples from Carancas's Meteorite (Puno) is presented. It was found, with exception of Si, a high percentage of Fe (26%), Mg (12,5%), Ni (1,8%), Ca (1,1%) and Al (1%), while in the terrain sample a high amount of Mg (9,2%), Al (5,17%), Ca (6,4%), La, and Sm, as well low amounts of Fe (2,64%) and Mn (955 ppm) were observed, clearly different from meteorite samples. By Electron Diffraction, in meteorites samples high crystallization was observed and monocrystalline diffraction patterns showed concordances with Quartz, Piroxene, Kamacite, Pheldesphat, Contrite and Troilite. We conclude that the meteorite is a silicated phase like Condrite. Radioactive materials were not found.

Keywords: Carancas's-Puno Meteorite, Neutron Activation, Electron Diffraction

1. Introducción

El meteorito de Carancas ha sido estudiado por los científicos quienes han reportado resultados de análisis físicos, químicos y petrológicos (Difracción de rayos X, Espectroscopia Mössbauer, Fluorescencia de rayos X, etc.) hasta el 2008 [1-6] algunas fracciones del meteorito todavía pueden ser vistos en la Universidad del Altiplano de Puno.

En general, la ciencia meteorítica estudia los fenómenos cósmicos que se relacionan con nuestro planeta Tierra y abarca los meteoritos, micrometeoritos, tectitas y cráteres de impacto sobre la superficie terrestre, siendo un meteorito cualquier

cuerpo sólido natural que llega a la Tierra desde el espacio exterior, por tanto no se consideran meteoritos a las chatarras de ingenios artificiales.

Hasta 1969 era el único material extraterrestre que poseíamos y que podíamos estudiar directamente. Al ser los meteoritos objetos pertenecientes a nuestro Sistema Solar, interesa conocer la relación que tienen con los otros cuerpos planetarios. Algunos meteoritos representan al material más primitivo del sistema solar porque no han sufrido fraccionamiento químico ni cambios desde su formación. Por tanto son la clave para conocer la composición del sistema solar, la abundancia

* Correspondencia autor: alopez@ipen.gob.pe

cósmica de los elementos, como las inclusiones ricas en Al, Ca encontradas en la condrita carbonácea de Allende caída en Chihuahua-México, pueden representar incluso material previo al de la Nebulosa Solar Primitiva (NSP) que nos permitirían comprobar la validez de la secuencia de condensación de los minerales a partir de la NSP.

Los meteoritos al chocar con otros cuerpos del Sistema Solar producen cráteres de impacto que modifican o condicionan los rasgos morfológicos del planeta en cuestión. También nos pueden dar información de algunos acontecimientos geológicos, por ejemplo la extinción de los dinosaurios. El Iridio es un elemento químico que solo se encuentra en cantidades significativas en los meteoritos y en depósitos volcánicos (por ej. durante la erupción del Kilauea, en Hawaii, en enero 1983) [7].



Figura 1. Muestra JV color gris claro, con contenido masivo y pulverulento.

De los diversos análisis que se pueden practicar sobre los meteoritos, el Análisis por Activación Neutrónica (AAN) se caracteriza por ser una técnica nuclear cuantitativa que identifica a los elementos químicos presentes en la muestra convenientemente homogenizada, mientras que la difracción de electrones es una técnica cualitativa.

El meteorito de Carancas, ha sido analizado por estas técnicas en los laboratorios del Centro Nuclear de Huarangal.

2. Experimental

2.1 Descripción geográfica de su ubicación

En el sector de Huanucollo, comunidad de Carancas, distrito de Desaguadero, provincia de Chuchito, departamento de Puno, fue

avistado un meteorito por los habitantes de esta remota comunidad, tratándose de un bólido luminoso con cola de humo blanco, a las 11.45 h del 15 de setiembre de 2007, siendo las coordenadas del punto de impacto:

N 8°157,916 y E 495,508

Al momento de su impacto en tierra, se sintió una fuerte explosión escuchada hasta en un radio de 20 km (distrito de Desaguadero) evento que tuvo una duración de 15 minutos, también se detectó una onda infrasónica hasta 1617 km al sureste [8], luego del impacto se observó la ebullición del líquido formado a causa del impacto con el suelo, observándose una columna de vapor que según refieren los pobladores, despedía un olor sulfuroso, debido a que muy cerca del lugar se encuentra un riachuelo, estimándose que la napa freática en la zona debe de estar muy superficial. Adicionalmente la red sismológica Boliviana reportó efectos del impacto en un rango de 125 km y según estimados por Antier *et al.* el meteorito tendría una energía equivalente entre 1,00 y 3,08 toneladas de TNT, un diámetro aproximado del bólido entre 1 y 2 m [8], a la fecha, no se han encontrado fragmentos del meteorito que tengan algunos kilogramos de masa [4]. El cráter, también llamado paleocráter de impacto, tiene la forma de una estructura circular con bordes amplios de material autóctono, sus dimensiones son de más o menos 15 m de diámetro y una profundidad aparente de 5 a 6 m que se emplaza en una especie de pampa constituida mayormente por terrenos cuaternarios, donde se ha desarrollado un suelo en la que crecen pastos naturales "Ichu" [7].

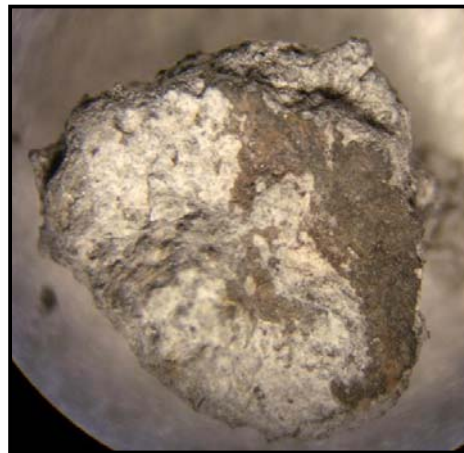


Figura 2. Muestra QA color marrón, aglutinada, presenta matizes de arcillas de color blanco.

2.2 Visita de campo y muestreo

El trabajo de campo en la zona de Carancas se hizo el 18 de setiembre de 2007 y consistió principalmente en las mediciones de los valores de radiactividad en la zona de impacto, haciendo uso del Equipo Identifinder N.S. 3574-101 encontrándose un fondo natural y descartándose que sea cualquier otro objeto artificial. Se tomaron 04 muestras, tres del meteorito, nominados JV, FF, RR y una del material producido por el efecto del impacto y alteración del suelo original nominado QA.

Tabla 1. Descripción de las muestras recolectadas del meteorito.

<i>Código de Muestra</i>	<i>Descripción</i>
JV	Muestra color gris claro, con contenido masivo y pulverulento, cantidad de muestra 10 g.
FF	Muestra color gris claro, compacta y consistente, tiende a desagregarse y formar residuos pulverulentos.
RR	Muestra de color gris claro, pulverulenta, deleznable, con algunas impregnaciones de color blanco.
QA	Muestra color marrón, aglutinada, presenta matices de arcillas de color blanco, cantidad de muestra 100 g.

De acuerdo con la descripción mostrada en la Tabla 1, las Figuras 1 y 2 corresponden a las muestras JV y QA.

3. Resultados y discusión

3.1 Composición química y cristalográfica del meteorito

Por efecto de la caída e impacto del meteorito con el suelo, este se ha

fragmentado en muchas partes y han quedado dispersas por lo menos en un radio de 100 m, estas partes han sido recolectadas y analizadas por Activación Neutrónica (AAN) con sistema espectrométrico gamma de alta resolución con detectores Canberra GC 1518 y GC 7019 (70% de eficiencia y 1,9 keV de resolución para el pico de 1332,5 keV del ⁶⁰Co) y Difracción de Electrones de Área Selecta (DEAS) con el MET Philips EM 400 en el Centro Nuclear de Huarangal.

Los resultados del análisis elemental por AN (excepto el Si) se pueden apreciar en las Tablas 2 y 3. En las muestras correspondiente al meteorito se observa un alto porcentaje de Fe (26%), Mg (12.5%), Ni (1,8%), Ca (1,1%) y Al (1%), Figura 1, mientras que en la muestra terrena QA se observa alto contenido de Mg (9.2%), Al (5,17%), Ca (6,4%), La y Sm, así como valores bajos de Fe (2,64%) y Mn (955 ppm), resultando claramente diferente que las del meteorito, especialmente en el contenido de los elementos mostrados en la Tabla 3 que incluye algunas tierras raras.

Por medio de la difracción de electrones (Figuras del 3 al 6) se aprecia en las muestras del meteorito fases con alto grado de cristalización cuyos patrones de difracción monocristalinos muestran coincidencias con el Cuarzo, Piroxeno, Kamacita, Feldespato, Condrita, Troilita, mientras que en la muestra terrena QA (Figura 2) se encuentran materiales con menor grado de cristalización y materiales cristalizados como el Cuarzo, Piroxeno, Troilita y Olivino, entre otros.

Tabla 2. Porcentajes (en celeste) y ppm medidos por AAN para las diferentes muestras del meteorito.

<i>Mtra/ Elem</i>	<i>Al %</i>	<i>As ppm</i>	<i>Ca %</i>	<i>Co ppm</i>	<i>Cr ppm</i>	<i>Fe %</i>	<i>Ir ppm</i>	<i>La ppm</i>	<i>Mg %</i>	<i>Mn ppm</i>	<i>Na ppm</i>	<i>Ni %</i>	<i>Sc ppm</i>	<i>Se ppm</i>	<i>V ppm</i>	<i>Sm ppm</i>
JV	1.05	2.4	1.13	790	3813	25.71	1.49	0.69	12.41	2080	6700	1.85	8.43	9.2	69.4	0.26
RR	0.973	2	1.04	764	3610	25.31	1.22	--	12.32	2131	6530	1.84	1.86	9.75	63.4	0.21
FF	1.063	2.58	1.06	920	3610	27.73	1.16	0.4	12.77	2160	6286	1.68	7.7	11.2	67	--

Tabla 3. Porcentajes y ppm medidos por AAN para la muestra QA próximo al meteorito.

Mtra/ Elem	Al %	As ppm	Ca %	Co ppm	Cr ppm	Fe %	Ir ppm	La ppm	Mg %	Mn ppm	Na ppm	Ni %	Sc ppm	Se ppm	V ppm	Sm ppm
QA	5.17	10.2	6.4	8.9	29.6	2.64	--	20	9.20	955	11400	--	7.83	--	--	3.47

Mtra/ Elem	Ba ppm	Br ppm	Ce ppm	Cl ppm	Cs ppm	Eu ppm	Hf ppm	K ppm	Sb ppm	Sr ppm	Ta ppm	Tb ppm	Th ppm	U ppm	Yb ppm	Zn ppm
QA	620	3.21	40	225	4.91	0.797	3.63	13580	0.82	411	0.66	0.5	8	2.0	1.53	73

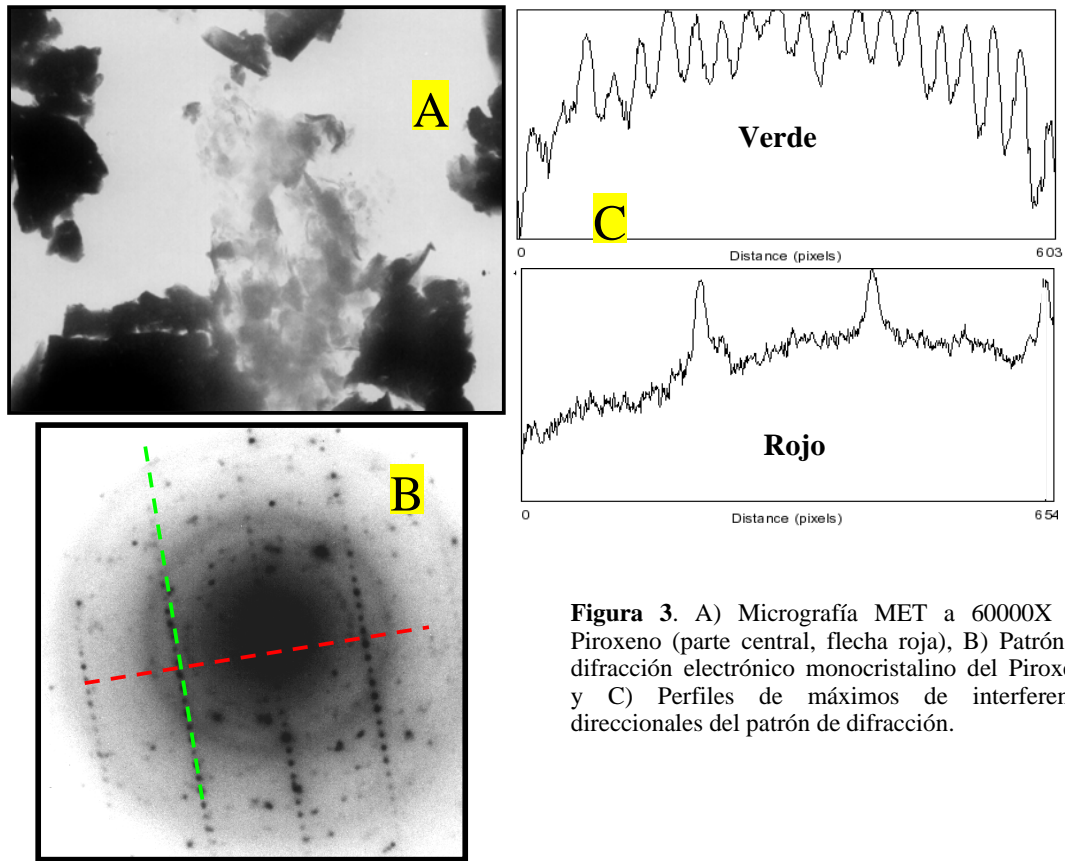


Figura 3. A) Micrografía MET a 60000X del Piroxeno (parte central, flecha roja), B) Patrón de difracción electrónico monocristalino del Piroxeno y C) Perfiles de máximos de interferencia direccionales del patrón de difracción.

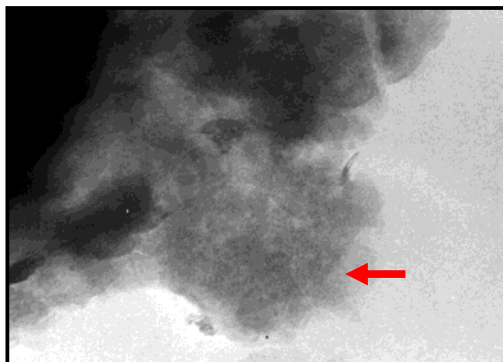


Figura 4. Micrografía MET a 60000X de la muestra QA mostrando una fase amorfa (flecha roja).

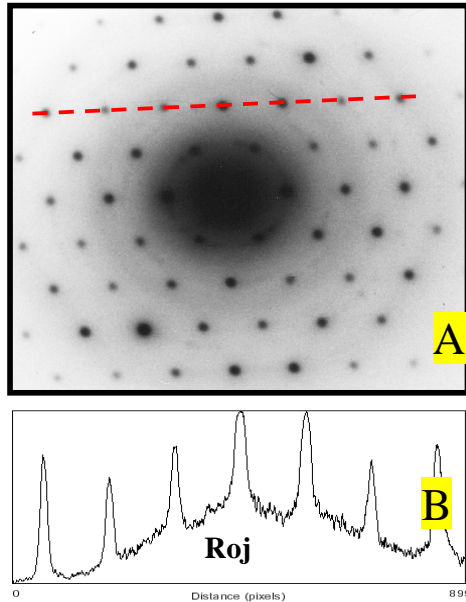


Figura 5. A) Patrón de difracción electrónico monocristalino del cuarzo y B) Perfil de intensidades direccionales.

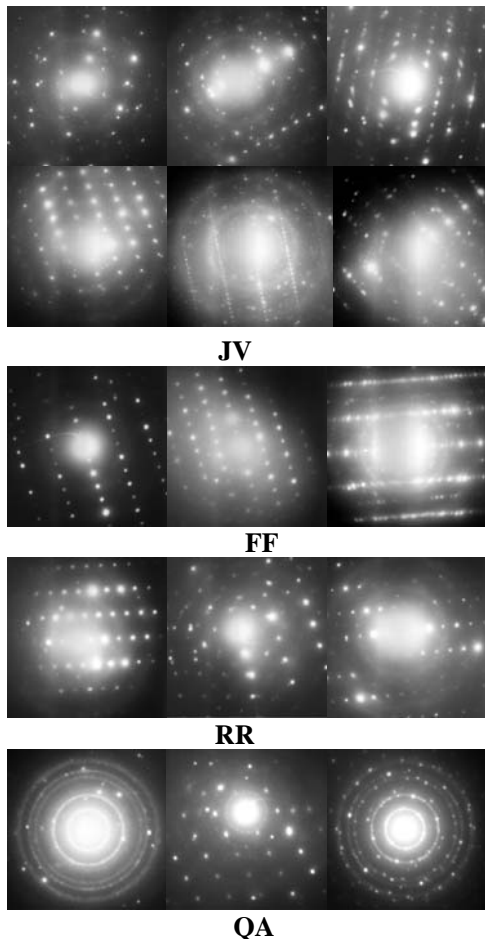


Figura 6. Patrones de difracción electrónica de las muestras JV, FF y RR del meteorito y de la muestra terrena QA.

4. Conclusiones

Las sospechas de que el meteorito pudiera contener materiales radiactivos fueron descartadas por las mediciones de niveles de radiación practicadas en el lugar del impacto, solo se midió un nivel de radiación idéntico a los medidos para la radiación natural de fondo.

Con respecto a la composición química y cristalográfica de los fragmentos recuperados del meteorito los resultados obtenidos complementan razonablemente a los obtenidos previamente según las referencia reportadas con diferentes técnicas, mediante AAN y sin tomar en cuenta al Si, se encontró en los fragmentos del meteorito, Fe (26%), Mg (12.5%), Ni (1.8%), Ca (1.1%) y Al (1%) con diferencias importantes con la muestra terrena, mientras que la difracción electrónica mostró alto grado de cristalización y coincidencias con el Cuarzo, Piroxeno, Kamacita, Feldespato, Condrita, Troilita; en la muestra terrena QA se encuentran materiales con menor grado de cristalización y materiales cristalizados como el Cuarzo, Piroxeno, Troilita y Olivino, entre otros. Como siempre, la fragmentación antes y después del impacto dificulta su análisis ya que los fragmentos se mezclan íntimamente con el suelo o evaporándose por efecto del calor acumulado y desprendido en el medio.

5. Referencias

- [1]. Carancas impact event. Wikipedia, the free encyclopedia [serie en Internet]. March 31, 2008. Disponible en URL: http://en.wikipedia.org/wiki/Carancas_impact_event
- [2]. Núñez del Prado H, Pari W, Ramirez-Cardona M, Machare J, Macedo L. Reconstruction of an impact event in Carancas, South of Peru from a GPR study on a small crater. 71st Annual Meteoritical Society Meeting (2008) 5269.
- [3]. Cerón Loayza ML, Bravo Cabrejos JA. Preliminary characterization of samples from the Carancas (Puno-Perú) Meteorite and its Crater. Lunar and Planetary Science XXXIX 2356 2008
- [4]. Tancredi G, Ishitsuka J, Rosales D, *et al.* What do we know about the “Carancas-Desaguadero” Fireball. Meteorite and impact crater. Lunar and Planetary Science XXXIX 2008 1216

- [5]. Instituto Geológico Minero y Metalúrgico (INGEMMET). Informe oficial la caída del meteorito Carancas, 15 septiembre 2007. [serie en Internet]. Disponible en URL: www.ingemmet.gob.pe/paginas/07_09_21_carancas_meteorite_pdf
- [6]. Harris RS, Schultz G, *et al.* Preliminary petrologic analysis of impact deformation in the Carancas (Peru) cratering event. *Lunar and Planetary Science XXXIX* (2008) 2446.
- [7]. Scorzelli RB. Meteorites: Messengers from the outer space. *J. Braz. Chem. Soc.* 2008; 19(2):226-23.
- [8]. Antier K, Le Pichon A, Cansi Y, *et al.* Atmospheric entry and impact of the September 15, 2007 Desaguadero meteoroid. *Inframatics*. 2008 Jun; 21:2-12.

The most compact scission configuration of fragments from low energy fission of ^{234}U and ^{236}U

Modesto Montoya^{1,2,*}, Justo Rojas¹

¹Instituto Peruano de Energía Nuclear, Avda. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

²Universidad Nacional de Ingeniería, Facultad de Ciencias, Av. Túpac Amaru, 210, Apartado 31-139, Lima, Perú

Abstract

Using a time of flight technique, the maximal values of kinetic energy as a function of primary mass of fragments from low energy fission of ^{234}U and ^{236}U were measured by Signarbieux *et al.* From calculations of scission configurations, it is concluded that, for those two fissioning systems, the maximal value of total kinetic energy corresponding to fragmentations ($_{42}\text{Mo}_{62}$, $_{50}\text{Sn}_{80}$) and ($_{42}\text{Mo}_{64}$, $_{50}\text{Sn}_{80}$) respectively, are equal to the available energies, and their scission configurations are composed by a spherical heavy fragment and a prolate light fragment, both in their ground state.

PACS: 21.10.Gv; 25.85.Ec; 24.10.Lx

Keywords: Low energy fission; ^{234}U ; ^{236}U ; fragment kinetic energy; cold fission

Resumen

Usando una técnica de tiempo de vuelo, Signarbieux *et al.* midieron el valor máximo de la energía cinética total en función de la masa primaria de los fragmentos de la fisión de baja energía de ^{234}U y ^{236}U . De los cálculos de las configuraciones de escisión, puede concluirse que, para esos dos sistemas físiles, el valor máximo de la energía cinética corresponde a las fragmentaciones ($_{42}\text{Mo}_{62}$, $_{50}\text{Sn}_{80}$) y ($_{42}\text{Mo}_{64}$, $_{50}\text{Sn}_{80}$), respectivamente, son iguales a los valores disponibles de energía; y sus configuraciones de escisión están compuestas por un fragmento pesado esférico y un fragmento liviano prolato, ambos en sus estados fundamentales.

PACS: 21.10.Gv; 25.85.Ec; 24.10.Lx

Palabras clave: Fisión a baja energía; ^{234}U ; ^{236}U ; energía cinética de fragmentos; fisión fría

1. Introduction

One of the most studied quantities to understand the fission process is the fragment mass and kinetic energy distribution, which is very closely related to the topological features in the multi-dimensional potential energy surface [1]. Structures on the distribution of mass and kinetic energy may be interpreted by shell effects on potential energy of the fissioning system, determined by the Strutinsky prescription and discussed by Dickmann [2] and Wilkins [3].

In order to investigate the fragments with very low excitation energy, using the time of flight method, Signarbieux *et al.* [4] measured the fragment mass distribution for high values of fragment kinetic energy. Because in that kinetic energy region there is no neutron emission, the time of flight technique permits separate neighboring fragment masses. In this

work one calculates the deformations of those fragments which must correspond to the most compact scission configurations, i.e. to the highest values of Coulomb interaction energy between the two fragments.

2. The most compact scission configurations

In the process of thermal neutron induced fission of ^{233}U , a composed nucleus ^{234}U with excitation energy equal to neutron separation energy (B_n) is formed first. Then, this nucleus splits in two complementary light and heavy fragments having A_L and A_H as mass numbers, and E_L and E_H as kinetic energies, respectively.

The Q-value of this reaction is given by the relation:

* Corresponding author: mmontoya@ipen.gob.pe

$$Q = M(92,234) - M(Z_L, A_L) - M(Z_H, A_L) \quad (1)$$

where $M(Z, A)$ is the mass of nucleus with Z and A as proton number and mass number, respectively.

The balance energy at scission configuration will be

$$Q + B_n = TKE_0 + CE + TDE + DXE; \quad (2)$$

where TKE_0 is the pre-scission total kinetic energy; CE is the Coulomb interaction energy between fragments;

$$TDE = DE_L + DE_H, \quad (3)$$

is the total deformation energy, where DE_L and DE_H are the light and heavy fragment deformation energy, respectively; and

$$TXE = XE_L + XE_H, \quad (4)$$

is the total intrinsic excitation energy, where XE_L and XE_H are the light and heavy fragment intrinsic excitation energy, respectively.

If there is no neutron emission, the light and heavy fragments reach the detectors with their primary kinetic energies equal to KE_L and KE_H , respectively. The total primary fragments kinetic energy will be

$$TKE = KE_L + KE_H = TKE_0 + CE = Q + B_n - TDE - TXE \quad (5)$$

The maximal value of total kinetic energy is reached when the sum of TDE and TDX is minimal, i.e.

$$TKE_{\max} = (TKE_0 + CE)_{\max} = Q + B_n - (TDE - TXE)_{\min}. \quad (6)$$

The most compact scission configuration occurs when maximal value of coulomb energy is equal to the available energy, i.e.

$$CE_{\max} = Q + B_n. \quad (7)$$

In this case, from Eq. 5 one obtains the relations

$$TKE_{\max} = CE_{\max} = Q + B_n \quad (8)$$

and

$$DE_{\min} = 0, \quad DX_{\min} = 0 \text{ and } TKE_0 = 0. \quad (9)$$

Not always this situation is possible to occur. Nevertheless we can assume that for each mass fragmentation the maximal value of total kinetic energy is obtained for similar condition, i.e. $TKE_0 = 0$, $TXE = 0$ and $TDE = TDE_{\min}$.

3. Deformation energy

A fragment total energy (U), composed by nucleons, is calculated using the Strutinsky method [5]. Strutinsky proposes to define a smooth function (\tilde{U}), without fluctuation due to shell effects. The shell correction will be

$$\delta U = U - \tilde{U}$$

As a first approximation, we calculate the total energy by a liquid drop model type, using the mass formula of Myers and Swiatecky [6]. The shell correction (δU_Z and δU_N , corresponding to proton and neutron numbers, respectively) is calculated by the Strutinsky's method [5], using Nilsson Hamiltonian for harmonic axial symmetrical well, with spin-orbit and centrifuge corrections [7]:

$$V_{corr} = -\kappa \hbar \omega_0 \left\{ \hat{l} \cdot \hat{s} + \mu \left(\hat{l}^2 - \langle l^2 \rangle_N \right) \right\} \quad (10)$$

where \hat{l} is the orbital angular momentum operator, \hat{s} is the spin operator, κ and μ are the Nilsson's constants. The constant of the harmonic oscillator was suggested by Nilsson [8]:

$$\hbar \omega_0 = 41A^{1/3}.$$

The pairing correction (δP_Z and δP_N , corresponding to proton and neutron numbers, respectively) is calculated using the BCS method [9]. Then, the relation for the total energy of the nucleus (Z, N) results:

$$DE(Z, N, \varepsilon) = \tilde{U}(Z, N, \varepsilon) - \tilde{U}_s(Z, N) + \delta U_N(Z, N, \varepsilon) + \delta U_Z(Z, N, \varepsilon) + \delta P_N(Z, N, \varepsilon) + \delta P_Z(Z, N, \varepsilon) \quad (11)$$

where $\tilde{U}(Z, N, \varepsilon)$ is the energy of a nucleus (Z, N) having deformation ε , and $\tilde{U}_s(Z, N)$ the energy in its spherical shape.

The shape of the nucleus is an ellipsoid. The deformation parameter ε is defined as:

$$\varepsilon = \frac{\Delta R}{R_0},$$

where ΔR is the difference between the major and the minor axis and R_0 is the average nuclear radius.

As one said, the total fragments kinetic energy is close to the available energy for light and heavy complementary fragments with masses around $A = 104$ and $A = 132$, respectively. Let us relate this result to the deformation for nuclei in this mass neighborhood.

The energies of nuclei $^{106-108}\text{Mo}$ and $^{106-108}\text{Tc}$ as a function of their corresponding deformations (ε) are presented on Figs. 1 and 2, respectively. The assumed Nilsson's constants for these nuclei are

$$\kappa_N = 0.0678, \kappa_p = 0.07, \\ \mu_N = 0.33 \text{ and } \mu_p = 0.35.$$

As we can see, those nuclei have a prolate shape with to $\varepsilon = 0.3$ in their ground state. If the fragment deformation changes from $\varepsilon = 0$ to $\varepsilon = 0.3$ the deformation energy will decrease by around 2 MeV, while a change from $\varepsilon = 0.3$ to $\varepsilon = 0.4$ increases of deformation energy by 4 MeV. This result suggests that these nuclei are prolate and soft

between $\varepsilon = 0$ to $\varepsilon = 0.3$ and became stiff for higher prolate deformations.

The energy as a function of deformation for nuclei $^{130-132}\text{Sn}$ are presented on Fig.3. The assumed Nilsson's constants for these nuclei are:

$$\kappa_N = 0.0635, \kappa_p = 0.067, \\ \mu_N = 0.43 \text{ and } \mu_p = 0.54.$$

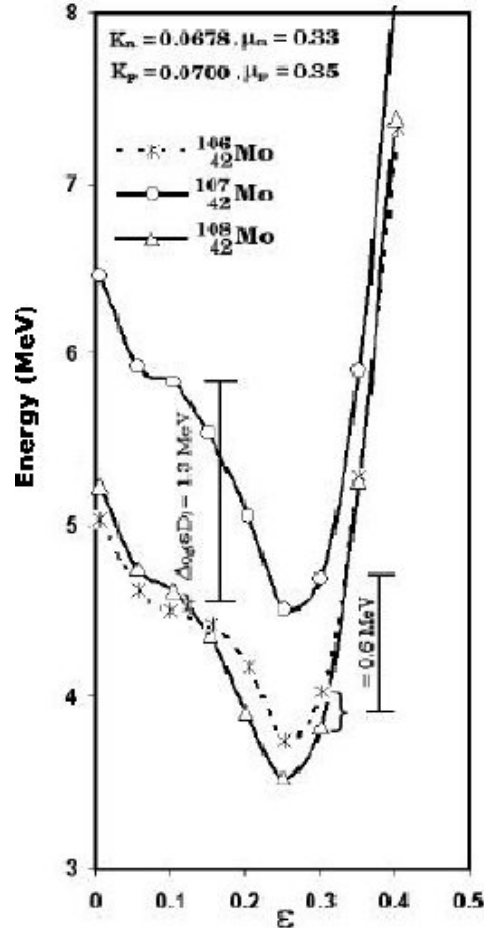


Figure 1. Deformation energy for nuclei $^{106-108}\text{Mo}$ calculated by a drop liquid model with pairing and shell correction [6]. See text.

One can see that ^{130}Sn is softer than ^{132}Sn . For a deformation from $\varepsilon = 0$ to $\varepsilon = 0.2$, the nucleus ^{130}Sn spends around 5 MeV while the nucleus ^{132}Sn , for the same deformation, spends 10 MeV. The neutron number $N = 82$ and proton numbers around $Z = 50$ correspond to spherical hard nuclei.

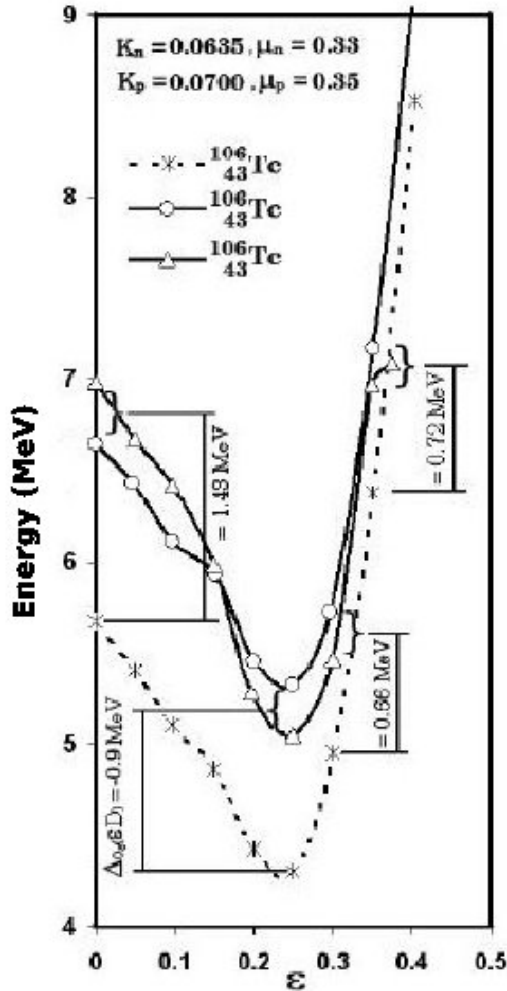


Figure 2. Deformation energy for nuclei $^{106-108}\text{Tc}$ calculated by a drop liquid model with pairing and shell correction [6].

The above characteristics of light fragments, corresponding to masses from $A=100$ to $A=106$, and their complementary fragments, corresponding to mass from $A=130$ to $A=132$, makes possible that their maximal values of the total kinetic energy of complementary fragments TKE are close to the available energy.

For the case of $^{233}\text{U}(n_{th}, f)$, the total kinetic energy of the couple ($_{42}\text{Mo}_{62}, _{50}\text{Sn}_{80}$) is almost equal to the available energy. This result means that the corresponding scission configuration is composed by fragments in their ground state. On the Fig. 4 we can see the several equipotential energy of the scission configuration composed by those fragments given by the relation:

$$V = CE(\varepsilon_H, \varepsilon_L) + DE_H(\varepsilon_H) + DE_L(\varepsilon_L) \quad (13)$$

where DE_H and DE_L are the heavy and light fragment deformation energy, respectively, calculated using the Nilsson model [8] and CE is the Coulomb interaction energy between the two fragments separated by 2 fm. On this curve one obtains that for $\varepsilon_H = 0$ and $\varepsilon_L = 0.3$ the Coulomb energy is equal to the available energy to 204 MeV.

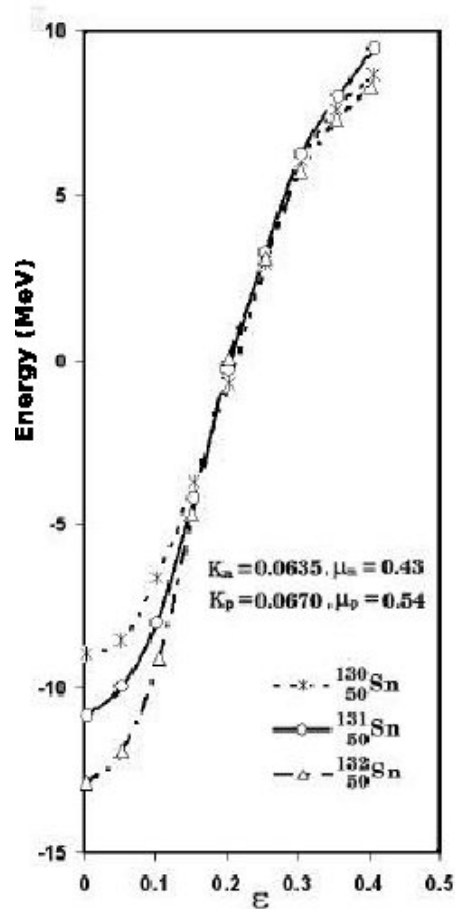


Figure 3. Deformation energy for nuclei $^{130-132}\text{Sn}$ calculated by a drop liquid model with pairing and shell correction [3]. See text.

The results are similar to complementary fragments corresponding to the deformed transitional nuclei with A_L between 100 and 106 (N between 60 y 64) and to the spherical nuclei with A_H around 132 ($Z = 50$ and $N = 82$).

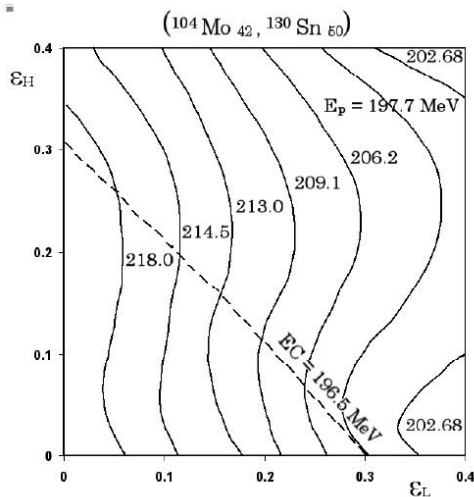


Figure 4. Equipotential curves for scission configuration of fragments ${}_{42}\text{Mo}_{62}$, ${}_{50}\text{Sn}_{80}$ as a function of their deformation. ε_L and ε_H are the light and heavy fragment deformation with Nilsson parameters [7].

For the complementary fragments ${}_{42}\text{Mo}_{62}$ and ${}_{50}\text{Sn}_{80}$, the maximal value of CE corresponds to ground state nuclei or close to that. This case is unique. Other configurations will need deformation energy, which will be higher for the harder nuclei. On the Fig. 3 is presented the deformation energy for the spherical nuclei ${}^{130}\text{Se}$, ${}^{131}\text{Se}$ and ${}^{132}\text{Se}$, respectively. We can see that the double magic nucleus ${}^{132}\text{Se}$ need 2 MeV more than ${}^{130}\text{Se}$ for going from the spherical state $\varepsilon = 0$ to the slightly deformed $\varepsilon = 0.05$. The fact that ${}^{132}\text{Se}$ is no so hard as ${}^{132}\text{Se}$ explain why the highest values of Coulomb interaction energy correspond to values close to the available energy for ${}^{233}\text{U}(\text{n}_{\text{th}},\text{f})$ as well as for ${}^{235}\text{U}(\text{n}_{\text{th}},\text{f})$.

4. Conclusion

From calculations of scission configurations from thermal neutron induced fission of ${}^{233}\text{U}$ and ${}^{235}\text{U}$, respectively, one can conclude that the highest value of Coulomb interaction energy between complementary fragments corresponds to fragmentations $({}_{42}\text{Mo}_{62}, {}_{50}\text{Sn}_{80})$ and $({}_{42}\text{Mo}_{64}, {}_{50}\text{Sn}_{80})$, respectively. For both cases the calculated maximal values of Coulomb interaction energy values are equal to the available energy of the reaction for spherical ($\varepsilon_H = 0$) heavy fragments and prolate ($\varepsilon_L = 0.3$) complementary light fragments, which correspond to their ground states. Moreover the light fragments are soft

between $\varepsilon_L = 0$ and $\varepsilon = 0.3$ and harder if they go to more prolate shapes; while the spherical heavy fragment ${}_{50}\text{Sn}_{80}$ is no as hard as the fragment ${}_{50}\text{Sn}_{82}$. The calculated maximal value of Coulomb interaction energy is equal to the measured maximal value of total kinetic energy of fragments. The pre-scission kinetic energy and intrinsic excitation energy of fragments are assumed to be null. These results suggest that fission process take time to explore all energetically permitted scission configurations.

5. References

- [1]. Möller P, Madland DG, Sierk AJ, Iwamoto A. Nature. 2001; 409:785.
- [2]. Dickmann F, Dietrich K. Nucl. Phys. 1969; A129:241.
- [3]. Wilkins BD, Steinberg EP, Chasman RR. Phys. Rev. 1976; C14:1832.
- [4]. Signarbieux C, Montoya M, Ribrag M, Mazur C, Guet C, Perrin P, Maurel M. J. Phys. Lett. (Paris), 42(1976)L-437 - L-440.
- [5]. Strutinsky VM. Nucl. Phys. 1967; A95: 420.
- [6]. Myers WD, Swiatecky WS., Nucl. Phys. 1966; 81:1.
- [7]. Quentin P, Babinet R. Nucl. Phys.1970; A159: 365-384.
- [8]. Nilsson CG. Mat. Fys. Medd. Dan. Vid. SelsK 29 (1955) n.16.
- [9]. Belyaev ST. Mat. Fys. Medd. Vid. Selsk. 1959; 31(11).

Evaluación y caracterización de una fuente de Am-241 usada como generador de partículas alfa para el análisis por emisión de rayos-X característicos

Eduardo Cunya*, Marco Munive, Paula Olivera

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Casilla Postal 1687, Lima 41, Lima, Perú

Resumen

Se presentan los resultados de una evaluación experimental sobre el uso de una fuente del radionucleído Am-241, como generador de partículas- α en el análisis de muestras por fluorescencia de rayos X a partir de un flujo de partículas cargadas (PIXE-alfa). Se muestra el uso de un material monitor que registra el flujo de radiación provocado por las partículas optimizando así la geometría muestra-fuente-detector y la sensibilidad de detección de sistema analítico.

Abstract

Results of an experimental evaluation on the use of an Am-241 source as generator of particles - α , in X-rays fluorescence analysis of samples from a flow of charged particles (PIXE-alpha) are presented. Furthermore, the use of a material monitor (CR-39) that registered the flow of radiation due to particles alpha is shown. It last optimizes the geometry sample - source -detector and the sensitivity of detection of the analytical system.

1. Introducción

La espectroscopia de emisión de rayos-X característicos inducida por partículas cargadas, es una novedosa técnica de análisis elemental de tipo superficial no destructiva, que teóricamente incrementa la sensibilidad para la detección de todos los elementos que constituyen un material; en particular, de la cerámica arqueológica considerada patrimonio cultural. Esta característica está muy relacionada con el tipo de partícula cargada presente en el flujo irradiado y la alta energía que posee [1], en este caso se emplea un flujo de partículas con carga positiva (alfa) de 5.49 MeV provenientes de una fuente radiactiva abierta de Am-241, 0,8 mCi de actividad aproximadamente y un período de semidesintegración de 432 años (Tabla 1), otra opción es el uso del radio-isótopo Po-210 [2] también, emisor de partículas alfa cuya energía es de 5.304 MeV con un tiempo de semidesintegración de 138 días. Debido a la elevada energía de las cargas que impactan en el blanco, es posible excitar capas electrónicas más internas produciendo incluso líneas L [8] distinguibles en el espectro obtenido por el análisis. Otro aspecto considerado es disponer de una herramienta analítica confiable, de fácil uso y transportable. El sistema está basado en el

uso seguro de una fuente de radiación en condiciones que no representa riesgo alguno para el operador. Algunas dificultades de aspecto tecnológico en la configuración de la fuente, cuya disposición geométrica sea la más óptima y la interferencia de los picos de energía de rayos-X debido al sustrato o soporte usado en la fabricación de la fuente [3] como la plata (Ag), el oro (Au), el paladium (Pd) que solapan estos picos de energía presentes en una muestra hacen necesario un análisis complementario usando FRX, por ejemplo.

2. Procedimiento Experimental

2.1 Estimación de la tasa de emisión alfa de fuente Am-241

Las partículas alfa al poseer un camino libre medio corto son de difícil detección, para este fin se puede usar detectores plásticos como los polímeros, que en presencia de la radiación alfa dejan un rastro, al que se denomina huella nuclear, según sea la trayectoria de la partícula alfa emitida la huella nuclear registrada en el polímero,

* Correspondencia autor: ecunya@ipen.gob.pe

tendría formas muy variadas, las cuales podrían ir desde círculos si la interacción es perpendicular, hasta elipses si la incidencia es oblicua (Figuras 1 y 2).

El polímero empleado para este estudio es el CR 39 que tiene una densidad de 1.3 g/cm^3 , cuyas dimensiones son $1,6 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$ de superficie y 1 mm de espesor. La huella nuclear generada en estos detectores está en función de la energía de las partículas a detectar o del poder de frenado (dE/dx), mediante una relación como $V = V_t/V_b = f(dE/dx)$, de donde V_t y V_b son la velocidad de la huella y de ataque químico, respectivamente [4].



Figura 1. Huellas alfa registradas por detectores plásticos (cortesía, www.erilresearch.com/).

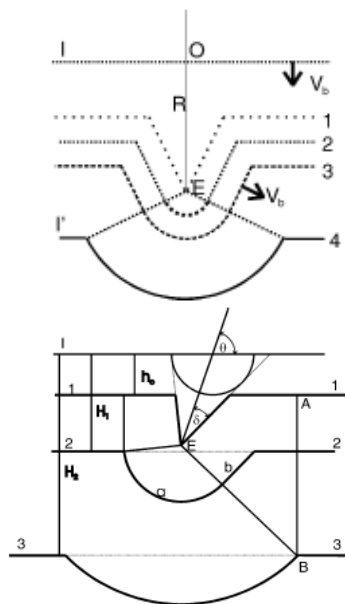


Figura 2. Formación de la huella nuclear por incidencia perpendicular y oblicua para varios tiempos y a la velocidad de ataque V_b .

Para determinar la tasa de emisión de partículas alfa, el detector es colocado sobre la fuente diseñada para la técnica PIXE alfa objeto de la evaluación y luego de 1 hora de irradiación se procede a realizar el proceso de revelado de imagen, tal como se describe más adelante, obteniendo huellas nucleares como las que se presenta en la Figura 3.

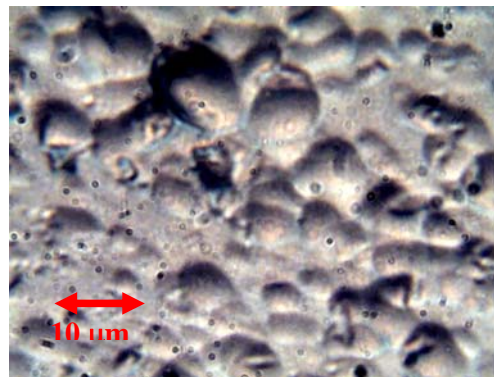


Figura 3. Fotografía de huellas nucleares logradas.

2.2 Proceso de obtención de imagen o huellas nucleares

La obtención de imagen en el detector plástico se logra mediante un ataque químico del plástico, con el cual se busca retirar una capa muy delgada de polímero (micras de espesor) la cual está en función del tiempo de ataque, para luego hacerla visible con la ayuda del microscopio.

El ataque químico del plástico CR 39, se realiza en una solución de NaOH, 6,4 M a temperatura de $70 \text{ }^\circ\text{C}$, por un período de 120 minutos, la velocidad de ataque químico V_b , a esta temperatura es de $1.59 \text{ } \mu\text{m/h}$ [5] posteriormente se enjuaga y deja secar.

El polímero detector es observado bajo microscopio óptico con un aumento de 20×100 ; entonces, se hace un registro fotográfico mediante una cámara digital (figura 3) y un microscopio de fuerza atómica (Nanosurf Easyscan 2) (Figura 4), de esta imagen se pudo estimar que mayoritariamente las huellas alfa generan elipses de $8,1 \text{ } \mu\text{m}$ de lado mayor por $6 \text{ } \mu\text{m}$ de lado menor y $1 \text{ } \mu\text{m}$ de profundidad. Además las imágenes de la superficie del CR 39, muestran diversas huellas de distintas profundidades y tamaños debido a que la fuente emite partículas alfa de diferentes valores de energía (Tabla 1).

Tabla 1. Energía de las emisiones gamma y alfa, para la fuente Am 241 [6].

Energía alfa (keV)	Intensidad relativa %	Energía gamma (keV)	Intensidad relativa %
5485,5	84,5	59,54	35
5442,2	13,0	26,3	2,4
5388	1.6	33,19	0,126
5544	0.34	98	< 0.1

2.3 Arreglo fuente-detector utilizado

La fuente Am-241 proporcionada por la Planta de Gestión de Residuos Radiactivos del Centro Nuclear RACSO, está compuesta por seis pequeños discos metálicos colocados en forma circular sobre un anillo de baquelita al cual se le practicó un agujero central de 10 mm de diámetro. Sobre esta construcción se coloca la muestra por analizar quedando separado de la fuente unos 5 mm luego el conjunto es puesto sobre el tope del detector a semiconductor de Ge-Planar [7] (Figura 5).

La electrónica de soporte consta de un analizador multi-canal, Eagle Plus EC 5004 de Canberra, un módulo de alto voltaje para polarizar el semiconductor, 459 de Ortec, un amplificador de conformación de pulsos nucleares Gaussianos, 2026 de Canberra, un portamódulos 4001A de Ortec y el software de colección de espectros Genie 2000 versión 3.0b instalado en un PC corriendo Windows™ 2000. Posteriormente, los espectros fueron procesados con la ayuda del software QXAS (Quantitative X-ray Analysis System) versión 3.6 desarrollado y distribuido por el IAEA, libre de costos.

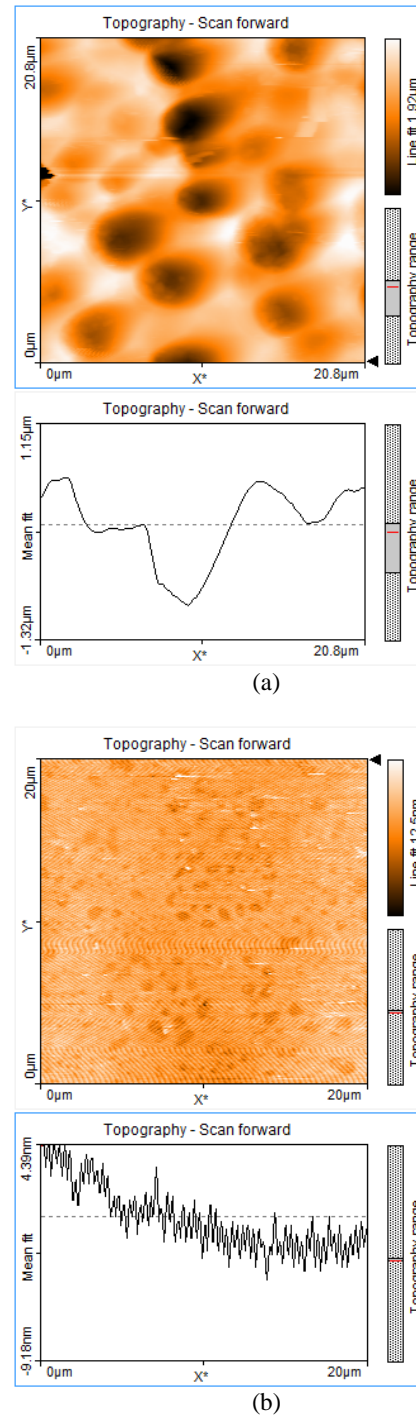


Figura 4. Scanner de superficie del CR 39: área de 20 µm x 20 µm, (a): plástico irradiado 1 hora, (b): sin irradiar.



Figura 5. Arreglo Fuente-Detector.

3. Resultados y Discusión

La fluencia de partículas alfa medida en la posición de muestra, mediante el detector plástico CR39, es de 0.035 huellas. μm^{-2} , con huellas de diámetro comprendido entre $5,1$ μm a $8,0$ μm y profundidad de $1,25$ μm a $1,47$ μm . Valores que corresponden a partículas alfa con energías comprendidas entre $5,0$ a $5,5$ MeV [5], lo que corrobora el método.

Se presenta los espectros obtenidos de una muestra de Aluminio al 99 % de pureza y de la pasta de un fragmento cerámico de origen arqueológico. En ellos se evidencia la sensibilidad de la técnica al reconocer las líneas de los elementos Al y Si presentes en cada muestra, respectivamente, como los más característicos. Se apreció también un incremento de la sección eficaz en la interacción de las partículas y la radiación gamma con elementos ligeros como el C y el O [3] que contribuyen a los niveles de ruido espectral observados. Los espectros observados fueron obtenidos luego de suprimir la señal de ruido producida por el efecto balístico de la radiación alfa. La resolución de las líneas espectrales mejoraría significativamente si empleamos una fuente alfa como Po-210 o Cm-244 (ambas de geometría anular [2,7]), debido a que no tienen contribución de fotones gamma como es el caso del Am-241.

4. Conclusiones

Al término de este proceso se puede observar a través de la superficie plástica, la fluencia de partículas alfa que llegan a la superficie del blanco ubicado a unos pocos milímetros de la fuente emisora, configurando de este modo para efectos prácticos un campo de irradiación de partículas cargadas (alfa). Esta aproximación experimental permite el

empleo de la metodología analítica aplicable a PIXE, en el posterior análisis cuantitativo de la muestra en estudio.

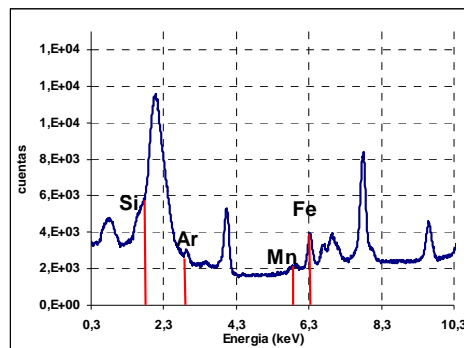


Figura 6. Espectro de R-X de una matriz de arcilla.

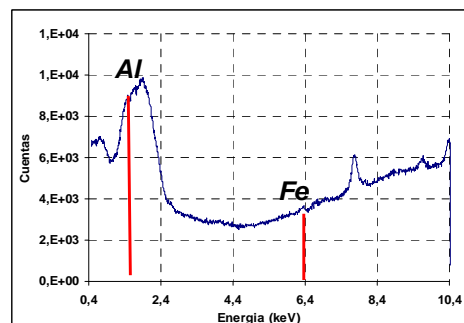


Figura 7. Espectro de R-X de una muestra de aluminio (99.9% de pureza).

El sistema puede ser empleado en la caracterización elemental de las muestras cerámicas a nivel superficial, tiene muchas limitaciones en el análisis cuantitativo a causa de las bajas tasas de conteo en los picos espectrales, así como por la superposición de líneas de otros elementos ligeros, este inconveniente podría superarse incrementando la actividad de la fuente [8] u optimizando el detector semiconductor del arreglo instrumental ajustándolo para operar en el rango de bajas energías (1 KeV-10 KeV).

Otro inconveniente es la presencia de señales de interferencia en los espectros de R-X que puede atribuirse a la elevada energía de las partículas alfa que interactúan con elementos como O, H, C presentes en la atmósfera a causas del efecto retrodispersivo de Rutherford (efecto alfa).

5. Agradecimientos

Nuestro reconocimiento al oficial de Radioprotección Walter Cruz de la Planta de

Gestión de Residuos Radiactivos quien nos facilitó la fuente de Am-241; a la Lic. Susana Gonzáles del Laboratorio de Radioquímica por cedernos su analizador MCA; a los Ings. Bruno Mendoza y Ricardo Ruiz, de la División de Mantenimiento por todo el soporte desplegado en la instalación y operación de la instrumentación nuclear utilizada en este trabajo; al grupo de Soporte Mecánico de INDE. Finalmente, agradecer a nuestra Dirección por la confianza y el apoyo administrativo recibidos.

6. Bibliografía

- [1] Ivanova J, Djingova R, Kuleff I. Determination of some heavy and toxic elements in plants and soils with ED-XRF using americium-241 excitation source. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 1998 Dic; 238(1-2):29-32.
- [2] Pappalardo L, Romano FP, Garrafo S. The improved LNS Pixe-Alfa portable system. *Archaeometric Applications*. *Archaeometry*. 2003; 45(2):333-339.
- [3] Rieder R, Wänke H, Economou T, Turkevich A. Determination of the chemical composition of Martian soil and rocks: The alpha proton X ray spectrometer. *J. Geophys. Res.* 1997; 102(E2):4027-4044.
- [4] Roussetski AS. CR-39 track detectors in cold fusion experiments review and perspectives. P.N. Lebedev Physical Institute, Russian Academy of Sciences.
- [5] Nikezic D, Yu KN. Formation and growth of tracks in nuclear track material. *Materials Science and Engineering*. 2004; R26:51-123.
- [6] Korea Atomic Energy Research. Nuclear data Evaluation Lab. Table of Nuclides. [serie en Internet]. 2000. Disponible en: <http://atom.kaeri.re.kr/>
- [7] Economou T E, *et al.* The chemical composition of Martian rocks and soil: preliminary analyses. Enrico Fermi Institute, University of Chicago, Chicago, IL. *Lunar and Planetary Science XXIX*.
- [8] Economou T E, Turkevich A, Rieder R, Wänke H. Chemical Composition of Martian Surface and Rocks on Pathfinder Mission. *Lunar and Planetary Science Conference XXVII (1996)* p. 1111-1112.

Estudio arqueométrico de piezas metálicas provenientes del museo Inka-UNSAAC

Paula Olivera¹, Alcides López^{1,2}, José Solís^{1,2}, Carmen Gutiérrez³, Julio Santiago^{1,4,*}

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru S/N, Lima 25, Perú

³ Facultad de Ciencias Químicas, Físicas y Matemáticas, Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco, Av. de la Cultura 733, Cusco, Perú

⁴ Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se presenta un estudio arqueométrico de piezas metálicas, prendedores (*tupus*), encontrados en la fortaleza de Sacsayhuaman, Cusco – Perú, pertenecientes a la cultura Inca. Los análisis por metalografía, difracción de rayos X y fluorescencia de rayos X de estas piezas revelan que los *tupus* estudiados no presentan la misma tecnología de preparación ni la misma composición elemental. Todas las piezas están constituidas de cobre, elemento mayoritario, combinado con As o Pb. Algunas de ellas presentan una capa superficial de oro y/o plata.

Abstract

An archaeometric study on metallic pieces, i.e. pins (*tupus*), is presented. These pieces were found in excavation of Sacsayhuaman fortress, Cusco - Peru, from the Inca culture. Metallographic, X-ray diffraction and X-ray fluorescence analysis of these pieces reveal that pins presents neither the same technology of preparation nor the same elemental composition. All the pieces are constituted of copper as major element, combined with As or Pb. Some of them have a superficial layer of gold and/or silver.

1. Introducción

Recientemente se está dando un nuevo impulso a los trabajos de excavación alrededor de la ciudad del Cusco. A dos kilómetros hacia el norte, se encuentra la ciudadela de Sacsayhuamán en donde se están encontrando numerosos vestigios Inca. El Instituto Nacional de Cultura ha reportado, solamente en la zona posterior de la ciudadela, el hallazgo de cerca de 20000 piezas arqueológicas, entre los que figuran cerámicos, piezas metálicas, textiles, etc.

El Museo Inka, de la Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco, posee una importante colección de pinturas, relieves escultóricos de madera y piezas arqueológicas (cerámicas y metálicas) del Cusco y de la costa peruana, entre otros artefactos.

Hasta el momento no hay estudios analíticos sistemáticos de las piezas arqueológicas que se encuentran en este museo. Igualmente, no hay un registro cualitativo ni cuantitativo de los metales presentes en las piezas metálicas.

Solo se cuenta con crónicas históricas o tradiciones orales sobre la composición química de los objetos metálicos de este museo. Se puede citar a cronistas como Garcilazo de la Vega, Diego Cieza de León, Bernabé Cobo, Huamán Poma de Ayala y otros que mencionan supuestos componentes de los artefactos metálicos. Además las investigaciones realizadas por arqueólogos y antropólogos están basadas en la tradición oral y en comparaciones semejantes ya existentes en otras zonas.

En este trabajo se presentan los resultados de los análisis realizados sobre tres prendedores, *tupus* en quechua, que fueron encontrados dentro de fardos funerarios perteneciente a la cultura Inca.

2. Experimental

Las muestras analizadas corresponden a la colección de las obras de arte metálicas del Museo Inka - UNSAAC. Estas piezas fueron

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

encontradas en excavaciones procedentes del complejo arqueológico de Sacsayhuamán, conjuntamente con otros objetos arqueológicos como cerámicos, prendas de vestir y osamenta humana. Las excavaciones fueron realizadas por los Arqueólogos Luis Barreda Murillo y Manuel Chávez Ballón el año de 1945. Las muestras son partes fraccionadas de tupus.

2.1 Estudio metalográfico

Las piezas de estudio fueron soportadas en cilindros de resina epóxica y se pulieron con lijas de 600, 1000, 2000 0 y alúmina de 5000 mesh. Luego fueron atacados con ácido clorhídrico al 3% y observados con un microscopio óptico de luz a 30 X, de acuerdo con los procedimientos convencionales [1].

2.2 Fluorescencia de rayos X

Las muestras fueron analizadas dos veces; la primera, luego de una limpieza superficial simple y, la segunda después de una limpieza más profunda que implicó el retiro de la capa superficial corroída.

Para el análisis por Fluorescencia de Rayos X (FRX) la muestra fue expuesta superficialmente a la radiación proveniente de una fuente anular de Cd-109 provocando la emisión de fotones de rayos X característicos de los elementos presentes en ella. La adquisición de datos se efectuó en un sistema de espectrometría de rayos X, constituido principalmente por un detector de alta resolución, de Si(Li) marca ORTEC Modelo SLP 10190 (Resolución 190 eV para 5.89 keV) y un Analizador Multicanal PCAII The Nucleus. La evaluación de espectros e identificación de los elementos presentes en las muestras se utilizó el Software Quantitative X Ray Analysis System (QXAS) proporcionado por el Organismo Internacional de Energía Atómica. Se aplicó el método de sensibilidad elemental para la determinación cuantitativa.

2.3 Difracción de rayos X

Las estructuras cristalinas de las muestras fueron caracterizadas por difracción de rayos X (DRX) usando un difractómetro Miniflex II (Rigaku) con radiación CuK_α operado con 30 kV y 15 mA y un filtro de Ni. Para la identificación de las fases cristalinas se usó el programa Match juntamente con los patrones

de difracción PDF-2 del International Centre for Diffraction Data.

3. Resultados y Discusión

La Figura 1 muestra las piezas metálicas recibidas. En este trabajo se presenta los resultados obtenidos con las piezas 1, 3 y 6.

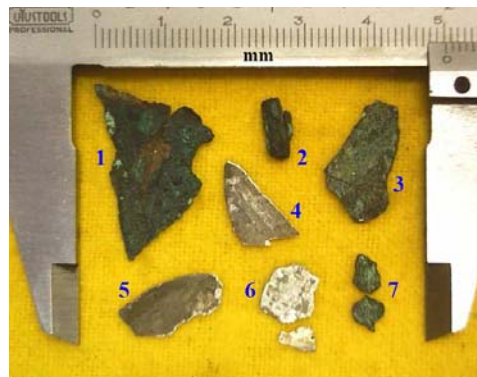


Figura 1. Conjunto de piezas recibidas para su estudio.

3.1 Estudio metalográfico

La pieza N° 1 presenta al microscopio óptico una aparente aleación trifásica, con granos claros, anaranjados y grises, Figura 2. Se observa igualmente, el alargamiento de los granos en una dirección, lo que es propio de metales deformados ya sea por compresión, estiramiento o doblado en frío [1].

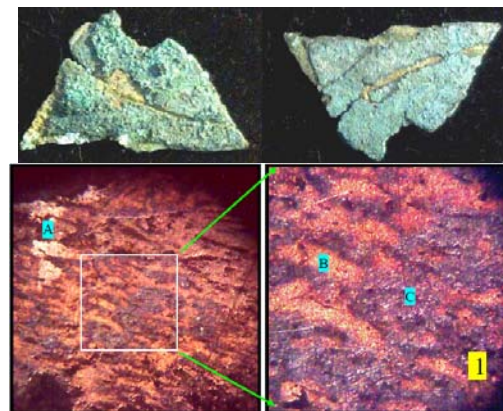


Figura 2. Pieza N° 1, mostrando ambas caras y metalografías poniendo de manifiesto granos alargados.

La pieza N° 3 presenta al microscopio óptico zonas discontinuas que corresponde al borde, Figura 3, izquierda. La discontinuidad observada se debe a los efectos de la corrosión superficial. En la Figura 3, derecha, se observa en la zona media granos regulares

y espacios intergranulares típicos de un metal fundido y de enfriamiento lento, en la que no se ha practicado deformación alguna.

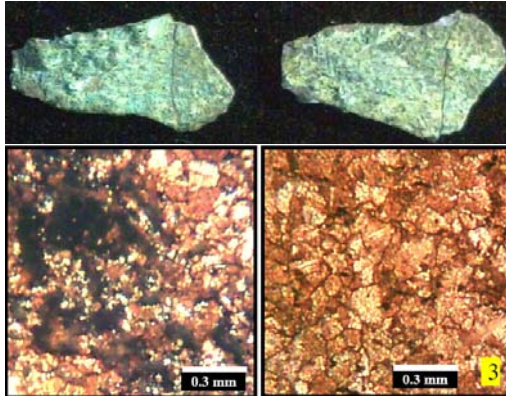


Figura 3. Pieza N° 3, metalografías mostrando zonas discontinuas sobre los bordes (izquierda) y granos regulares en el centro de la pieza (derecha).

La pieza N° 6 presenta un aspecto metálico claro, constituido casi completamente por una estructura laminar curvada y fina, fácilmente exfoliable y con algunos precipitados oscuros, quebradizo a la flexión, Figura 4.

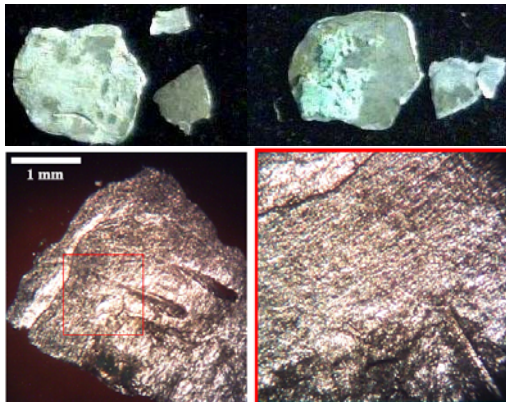


Figura 4. Pieza N° 6. Vista panorámica de la muestra pulida y metalografías con su ampliación.

3.2 Análisis por FRX

La pieza N° 1 está constituido principalmente por cobre y arsénico, Figura 5a. Es curioso encontrar este tipo de aleación en piezas metálicas encontradas en esta región. Incluso, los tupus procedentes de Machu Picchu no presentaron arsénico en su composición [2]. Estas aleaciones fueron muy utilizadas por los Sicanes (900 - 1100 D.C.). Por ejemplo, en las excavaciones de la Huaca del Pueblo

Batán Grande se encontró instrumentos de cobre arsenical [3-5].

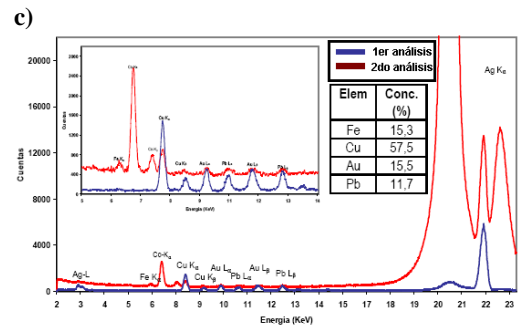
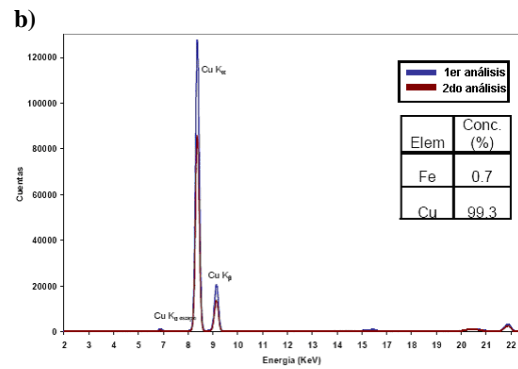
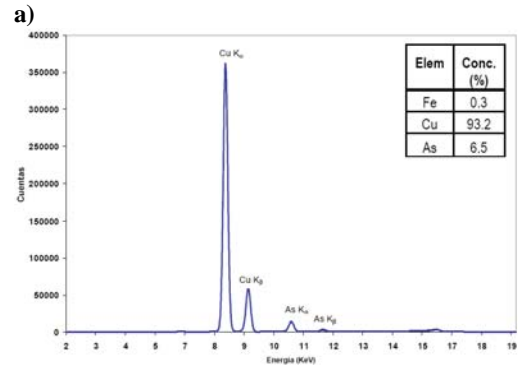


Figura 5. Espectro FRX de las piezas a) 1, b) 3 y c) 6.

La Pieza N° 3 está constituida básicamente de cobre, Figura 5b, mientras que la pieza N° 6 presenta cobre, oro, plomo y plata el primer análisis, Figura 5c. En el segundo análisis, luego de una limpieza profunda de la superficie se encontraron todos los elementos encontrados en el primer análisis, a la excepción de la plata. Esto indicaría que las piezas tuvieron un bañado de plata, el mismo que se ha retirado con la limpieza realizada.

3.3 Análisis por DRX

El difractograma de la pieza N° 1 presenta muchas coincidencias con el compuesto

CuO, y en menor proporción con cobre metálico. Igualmente, se observan picos, aunque con baja intensidad relativa, correspondiente al Cu_2O , Figura 6a.

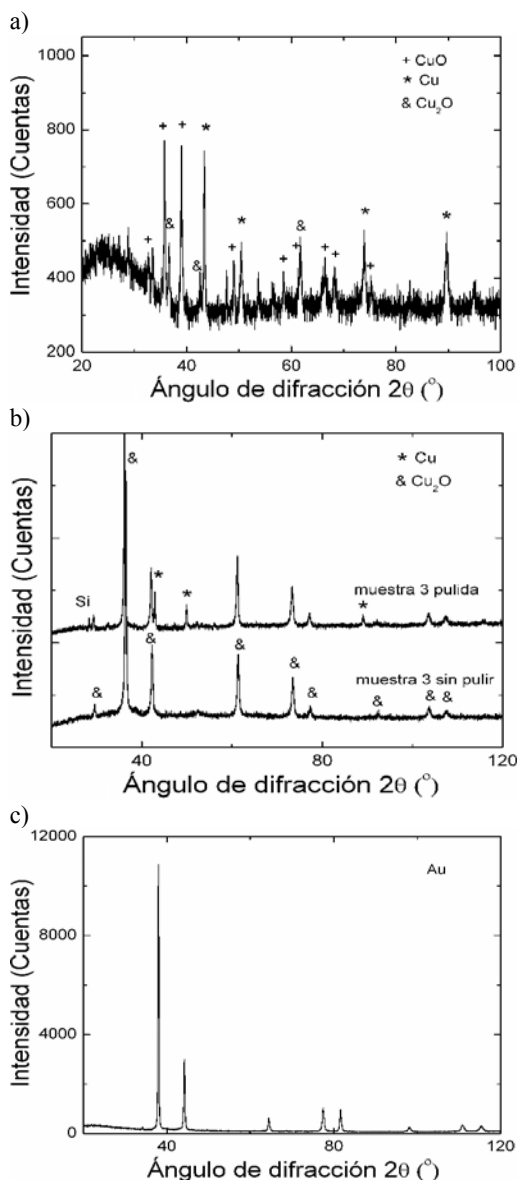


Figura 6. Espectros de difracción de rayos X de las piezas a) 1, b) 3, y c) 6.

La pieza N° 3 presentó inicialmente coincidencias correspondientes a la fase cristalina Cu_2O , mientras que después de pulirla se observa principalmente Cu, Figura 6b.

La pieza N° 6 presenta picos correspondientes al oro, Figura 6c, aunque la

ausencia de plata no se puede descartar pues los parámetros de red de ambos metales son idénticos. Los datos obtenidos por FRX y DRX sugieren que esta pieza está constituida principalmente de cobre y se encuentra revestida por una capa de oro, combinada con una pequeña proporción de plata.

4. Conclusiones

Los análisis por metalografía, DRX y FRX de prendedores inca estudiados revelan que estos no presentan la misma tecnología de preparación ni la misma composición elemental. Todas las piezas están constituidas de cobre como elemento mayoritario, combinado con As o Pb. Algunas de ellas presentan una capa superficial de oro y plata.

5. Agradecimientos

Al museo Inka de la Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco por facilitarnos las muestras de estudio.

6. Bibliografía

- [1] Kuzmin B, Samojotski A. Metalurgia, metalografía y materiales de construcción. Edit. MIR Moscú 1986.
- [2] Gordon R, Knopf R. Late horizon silver, copper, and tin from Machu Picchu, Peru. *Journal of Archaeological Science*. 2007; 34: 38-47.
- [3] Hocquenghem A, Vetter L. Las puntas y rejas prehispánicas de metal en los Andes y su continuidad hasta el presente. *Bulletin de l'Institut Français d'Etudes Andines*. 2005; 34 (2): 141-159.
- [4] Shimada I, Montenegro J. El Poder y la Naturaleza de la Élite Sicán: Una mirada a la Tumba de Huaca Loro, Batán Grande. *Boletín de Lima*. 2003; 15(90): 67-96.
- [5] Vetter L, Carcedo P, Cutida S, Montoya E. Estudio descriptivo, metalográfico y químico de las puntas de aleación de cobre de la tumba de un señor de la Élite Sicán, Lambayeque - Perú, empleando técnicas de microscopía óptica y análisis por activación neutrónica. *Revista Española de Antropología Americana*. 1997; 27: 23-28.

Identificación de pigmentos empleados en cerámica Nasca ornamental por Difracción y Fluorescencia de Rayos X

Paula Olivera^{1,*}, Luisa Vetter², Susana Petrick³

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Museo Nacional Sicán, Av. Batán Grande Cdra. 9, s/n, Carretera a Pítipo, Ferreñafe, Lambayeque, Perú

³ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Apartado Postal 31-139, Lima 31, Perú

Resumen

La cultura Nasca se desarrolló en la costa sur del Perú entre el 100 a. de C. a 650 d. de C. en el Período Intermedio Temprano. Entre los restos más relevantes de la cultura Nasca se encuentra la fina cerámica policroma. La finalidad de este estudio es identificar los pigmentos utilizados en la decoración de estos ceramios, para lo cual hemos aplicado Difracción de rayos X (DRX) y Fluorescencia de rayos X (FRX) en el análisis de 54 fragmentos procedentes de los sitios localizados en las cercanías de Palpa y Cahuachi. Las medidas de DRX se han realizado utilizando radiación sincrotrón, con la colaboración del grupo que opera en la Línea Española (SpLine) en la European Sincrotrón Radiation Facility (ESRF) en Grenoble, Francia. Mientras que la FRX se realizó en el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN). El análisis no destructivo, por FRX, de las superficies coloreadas de marrón, anaranjado y amarillo revela la presencia predominante de Hierro, así como de Calcio y Manganeseo. La predominancia del Hierro se explica por el uso intensivo de óxidos, generalmente hematita (Fe_2O_3) que por DRX aparece casi pura en los pigmentos rojos y mezclados con otros minerales para obtener la gama de tonalidades.

Abstract

Nasca culture was developed in the southern coast of Peru (100 B.C to 650 A.D), during the Early Intermediate Period. The most significant remains of the Nasca Culture is the fine polychrome pottery. The purpose of this work is to identify the pigments used in 54 pottery fragments recovered nearby Palpa and Cahuachi, using XRF and XRD. XRD using synchrotron radiation was performed at the Spanish Line at the ESRF, Grenoble – France. XRF spectra were taken at IPEN. The non-destructive XRF analysis of the pottery surfaces colored of brown, orange and yellow showed a high content of iron, as well as calcium and manganese. The high proportion of iron is the result of intensive use of iron oxides, ordinarily hematite (Fe_2O_3) that seen by DRX is almost pure in the red pigments and mixed with other minerals to obtain different shades and colours.

1. Introducción

La cultura Nasca se desarrolló en el departamento de Ica, en la costa sur del Perú durante el Período Intermedio Temprano (100 a. de C. al 650 d. de C). Abarcó los valles de Ica y Nazca, aunque su influencia llegó hasta el valle de Cañete por el norte y el valle de Acarí por el sur e incluso hasta Ayacucho, siendo su centro la cuenca del Río Grande. Los alfareros nasca se caracterizaron por la elaboración de pastas muy finas y decoración policroma. Para plasmar la iconografía en sus ceramios utilizaron el color blanco y diferentes tonalidades de rojos y marrones.

El objetivo de este trabajo es la identificación de los pigmentos minerales usados para la decoración de los ceramios, los cuales fueron excavados en el marco del Proyecto Nasca-Palpa, en los sitios de La Muña, Hanap Pacha y Lucriche, además de los recolectados en superficie en el sitio de Cahuachi, PAP 73 y Los Molinos (Figura 1).

Otro objetivo fue comprobar hasta qué punto se pueden hacer análisis no destructivos por Fluorescencia de Rayos X en Energía Dispersiva con el mismo fin.

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

El arqueólogo alemán Max Uhle fue el primero en excavar cementerios nasca que contenían ceramios policromos. Esta tradición alfarera nasca es heredera de la tradición paracas, tanto en técnicas como en iconografía y morfología. En particular, los

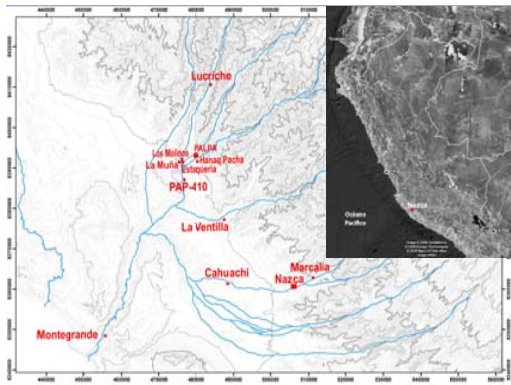


Figura 1. Mapa de los sitios arqueológicos estudiados.

alfareros nasca emplearon técnicas de manufactura donde se combinaron el anillado, estirado y otras técnicas manuales.

A diferencia de la cerámica moche, la nasca se elaboró sin el uso de moldes [1] lográndose las formas más típicas que son botellas o cántaros globulares con dos picos cilíndricos verticales y con asa puente, también encontramos tazas acampanuladas, platos, vasos, ollas y piezas semifiguradas [2,3,4].

Entre los diseños que se plasmaron en las cerámicas figuran formas naturalistas de animales marinos y terrestres, aves, plantas, frutos, seres humanos (representando actividades económicas), figuras geométricas, seres antropomorfos y divinidades. La cerámica, elemento importante dentro de este estudio, fue clasificada por Lawrence E. Dawson en nueve fases, basando la clasificación en el estudio de los rasgos estilísticos. Esta clasificación que correlaciona cambios en forma y diseño es cualitativa y no cuantitativa; así la fase 1 representa la transición entre la decoración post y pre cocción, las fases 2 a 4 se caracterizan por el uso de temas naturalistas (pájaros, plantas, peces) y míticos. En la fase 5 se utilizan elementos como rayos, borlas y volutas que se vuelven cada vez más geométricos y ricos en las fases 6 y 7, hasta abreviarse radicalmente en las fases 8 y 9 caracterizadas por el uso de formas geométricas simples y elementos de la emergente cultura Wari [2].

La pintura usada por los ceramistas nasca fue aplicada antes de la cocción, a diferencia de los ceramistas paracas que la aplicaron postcocción. El engobe, suspensión de arcilla fina con agua con el que se aplicó la decoración debía tener la capacidad de adherirse a la superficie de las vasijas además de retener el color después de la cocción. Según Carmichael, el pigmento se aplicaba mezclado con el engobe. Los pigmentos utilizados fueron principalmente óxidos de Hierro (limonita, hematina y magnetita) y de manganeso así como arcillas blancas (caolín). Durante la cocción los tonos de minerales se transformaban en diferentes colores según la temperatura, atmósfera e impurezas constituyentes. El espectro de colores logrado por los ceramistas nasca fue bastante amplio, va desde el negro, blanco, morado, rojo, rojo oscuro, rojo claro, naranja, naranja claro, amarillo, gris, marrón, violeta, encarnado y rosado y el azul claro que se usó recién durante la fase cinco. En las dos primeras fases se nota una experimentación con la cerámica y la mezcla de pigmentos, las diferentes temperaturas de cocción se evidencian en engobes gruesos, polvorientos y quebradizos. Es en la tercera fase se puede observar un mejor control de mezclas y temperaturas logrando engobes más finos y sin defectos (1994:233).

Para Rice (1987, citado por Carmichael 1994), se siguió un patrón estandarizado para la aplicación del color, donde el color de fondo o base se aplicaba primero, seguidamente se trazaban bandas en el borde y parte baja que enmarcaban la zona del diseño propiamente dicho. Había dos maneras de colocar el color: para los motivos simples se delineaba primero y luego se rellenaba el diseño con el color, mientras que los dibujos más complejos se coloreaban y luego se delineaban en la etapa de acabado. Finalmente se procedía al bruñido, proceso por el cual el engobe se compactaba permitiendo su penetración por los poros de la superficie de la vasija logrando que la pintura dure más tiempo.

2. Procedimiento Experimental

a. Para el estudio por *Difracción de Rayos X (DRX)* analizamos muestras de pigmento extraídas de los fragmentos raspando las superficies con una hoja de bisturí, evitando mezclar colores diferentes y raspar la pasta. Las muestras de aproximadamente 100 mg fueron molidas en mortero y pilón de ágata y

colocadas en capilares de vidrio de 0.4 mm de diámetro interior (Figura 2). Los patrones de difracción se obtuvieron con

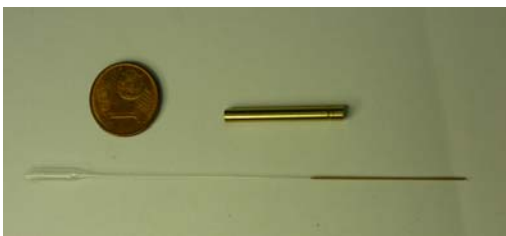


Figura 2. Capilar portamuestra de vidrio, con el cartucho de bronce que se coloca en el rotor para realizar la medida.

radiación sincrotrón de 0.8546325 de longitud de onda. La muestra colocada en el capilar se hizo girar permanentemente para evitar los efectos de la orientación de los cristales de la muestra (Figura 3).

Los datos obtenidos se analizaron utilizando la base de datos Powder Diffraction File PDF-2, sets 1-47 (International Centre for Diffraction Data ICDD, 1997).

Se analizaron en total cuatro muestras de pigmentos blancos, siete de rojo, cuatro de marrón y algunas de colores intermedios



Figura 3. Vista del capilar portamuestra, frente a la rendija del detector, en el goniómetro de la línea BM25 – SpLine.

como una blanco-crema, una de gris y una rosada además de cuatro muestras de pasta de cerámica (Figura 4).

b. Por *Fluorescencia de Rayos X (FRX)* se analizaron 12 fragmentos de cerámico procedentes de Palpa (PAP 733 y PAP 73), 20 fragmentos de cerámicos de Wari (PAP 180) obtenidos de excavaciones llevadas a cabo por el Proyecto Nasca-Palpa y 20

cerámicos de Cahuachi procedentes de recolecciones de superficie. Los fragmentos fueron lavados con agua bi destilada y secados a temperatura ambiente. La irradiación con una fuente anular de Cd-109 y medición se hizo por color individualmente durante 3000 segundos en áreas de 5 mm de diámetro. La adquisición de datos se llevó a cabo con un sistema de espectrometría de rayos X, constituido principalmente por un



Figura 4. Fragmento N° 9, del grupo Wari mostrando colores.

detector de alta resolución, de Si (Li) marca ORTEC Modelo SLP 10190 (Resolución 190 eV para 5.89 KeV) y un Analizador Multicanal PCAII The Nucleus. (Figura 5).

La evaluación de los espectros e identificación de los elementos presentes en las muestras se hizo utilizando el Software **Quantitative X Ray Analysis System (QXAS)** proporcionado por el Organismo Internacional de Energía Atómica.



Figura 5. Sistema de FRXED para análisis no destructivo de pigmentos.

3. Resultados y Discusión

En los difractogramas de todos los colores, menos el blanco, se identificaron picos de cuarzo (SiO_2) y de arcillas. Estos minerales,

mezclados con los óxidos de hierro en proporciones que varían de 10% a 90%, constituyen los pigmentos naturales que conocemos como ocre. En los pigmentos rojos, marrones y negros se observa la predominancia de hematita (Fe_2O_3), además de goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) y maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) en algunos casos puntuales. No se observaron picos correspondientes a lepidocrocita ($\gamma\text{-FeOOH}$), pigmento anaranjado común en las tierras.

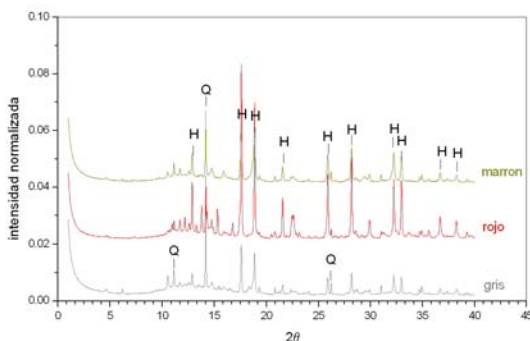


Figura 6. Difractogramas de pigmentos obtenidos del fragmento Wari N° 9, colores gris, rojo y marrón terracota.

El predominio de la hematita sobre las otras fases se explica debido a que es la forma más estable de óxido de hierro, y resulta de la deshidratación o dehidroxilación de otras fases de hierro (óxidos u óxidos-hidróxidos) luego de la cocción del pigmento [5].

Según Cornell [5] todas las formas de FeOOH se transforman a Fe_2O_3 por efectos del calor, siendo la hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) el producto final en todos los casos. La maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ocurre como fase intermedia en la dehidroxilación de la lepidocrocita ($\gamma\text{-FeOOH}$) a temperaturas bajas (200-280 °C), lo que explicaría la ausencia de este óxido-hidróxido común en los suelos. Esta ausencia, lo mismo que los picos de líneas delgadas, son indicios de que las cerámicas se cocieron a temperaturas mayores a 600 °C [6].

Las diferentes tonalidades de rojo, incluyendo el púrpura, se deben a los efectos de los tamaños de grano así como a la presencia de cationes como el Mn^{III} que entran en la estructura cristalina en reemplazo del Fe en los óxidos, principalmente goethita y hematita. Debido a que el Mn puede substituir al Fe alcanzando proporciones máximas de hasta 0.47 mol mol⁻¹ en la goethita y en la hematita producto

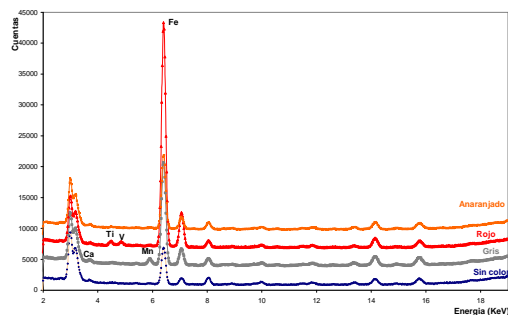


Figura 7. Espectros de pigmentos Nasca.

de la descomposición de la goethita, especulamos que el Mn detectado por FRX, pero no identificado en las fases específicas por DRX, estaría como catión sustituto de Fe en los óxidos de Fe.

Las fases minerales que constituyen los colores blanco o crema son el yeso (sulfato de calcio) y la calcita (carbonatos de calcio), mezclados con las arcillas.

La presencia de arcillas en los difractogramas (Figura 6) es coherente con la técnica de aplicación de pigmentos descrita en el párrafo anterior y en la bibliografía.

El análisis elemental por FRX revela la presencia de hierro en los pigmentos rojo, marrón y gris en diferente proporción. Para el caso de los pigmentos marrón y anaranjado, tanto en los ceramios de los diferentes períodos de la cultura Nasca como los modernos, solo se observa la presencia de hierro, probablemente como óxido en diferentes proporciones. Esto difiere de los ceramios de Palpa y Wari en los que además se detecta presencia de Mn.

En el caso de los pigmentos blancos se puede apreciar la presencia de calcio en el yeso (sulfato de calcio) y el carbonato de calcio (Ca CO_3).

En la coloración amarilla en los ceramios de los diferentes períodos de la cultura Nasca, no se observa ningún elemento adicional al hierro, que podría corresponder a Fe_2O_3 , según lo determinado por DRX (Figura 7).

4. Conclusiones

Los pigmentos rojos y marrones están constituidos por óxidos de hierro, principalmente por hematita. En las muestras pigmentadas de marrón oscuro se identifica también claramente goethita.

El color marrón aplicado sobre las muestras proveniente de Wari, en el que se detecta Mn

por FRX, no se han identificado fases de óxido de Mn por DRX, por lo que el elemento estaría como impureza en los óxidos de Fe (Mn - goethita) que se caracteriza por un tono más oscuro que la goethita sin impurezas) [5].

La base blanca está constituida por cuarzo, carbonatos y arcilla, posiblemente caolín, que presenta distancias interplanares menores que en tablas debido a la cocción a temperaturas no menores de 700° C [6].

5. Agradecimientos

Al Museo de Arqueología de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos y al Proyecto Arqueológico Nasca-Palpa por haber puesto a disposición del proyecto algunas de sus muestras para los estudios realizados.

A Germán R. Castro y Ana Gutierrez León, del Spanish CRG BM25 Beamline – SpLine, European Synchrotron Radiation Facility, por la invitación y las facilidades prestadas para realizar las medidas de DRX.

Al Organismo Internacional de Energía Atómica - OIEA por el soporte técnico brindado en el marco del Contrato de Investigación CRP PER/13058, “Applications of Nuclear Analytical Techniques to Investigate the Authenticity of Art Objects”

6. Bibliografía

- [1]. Carmichael Patrick. Cerámica Nasca: producción y contexto social. En: Tecnología y organización de la Producción de cerámica prehispánica en los Andes. Ed. Shimada. Pontificia Universidad Católica del Perú. Fondo Editorial, pp. 229. 1994.
- [2]. Proulx Donald. The Nasca Culture: An introduction. En: Nasca: Geheimnisvolle Zeichen im Alten Peru. Edited by Judith Rickenbach, pp. 59-77. Zürich: Museum Rietberg Zürich. 1999.
- [3]. Proulx Donald. Nasca ceramic iconography: An overview. The Studio Potter. 2007; 29(1):37-43.
- [4]. Reindel Markus, Günther Wagner, Eds. Nasca: desarrollo y adaptación de técnicas arqueométricas para la investigación de la Historia Cultural. Palpa-Perú. 2004.
- [5]. Cornell RM, Schwertmann U. The iron oxides. Structure, properties, reactions, occurrence and uses. VCH. 1966.
- [6]. Huaypar Yezeña, Trujillo Alejandro, Mejía Mirian, Fabián Julio, Torres Eusebio, Bravo Jorge. Caracterización mineralógica y determinación de la temperatura de cocción original de cerámicas Nasca. [Comunicación Interna].2008.

Factibilidad del análisis por activación neutrónica de cerámicos arqueológicos enteros. Parte 1: Precisión de resultados y seguridad radiológica del proceso

Patricia Bedregal^{1,*}, Marco Munive¹, Pablo Mendoza¹, Ángel Revilla¹, Javier Gago¹,
Isaac Cohen^{2,3}, Eduardo Montoya¹

¹ Departamento de Química, Instituto Peruano de Energía Nuclear. Av. San Juan de Dios s/n,
Carabayllo, Lima

² Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Buenos Aires, Departamento de Ingeniería
Química. Avenida Medrano 951 (C1179AAQ), Buenos Aires, Argentina

³ Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Avellaneda, Secretaría de Ciencia,
Tecnología e Innovación Productiva. Av. Mitre 750 (1870) Avellaneda, Buenos Aires, Argentina

Resumen

Se ha estudiado la factibilidad de utilizar el análisis por activación neutrónica instrumental en objetos cerámicos enteros, empleando flujos neutrónicos térmicos bajos. El estudio toma en cuenta los elementos químicos relevantes para las investigaciones arqueológicas, así como el grado de exactitud requerido. Se demuestra que después de una irradiación de un objeto cerámico típico con una masa del orden de 1 kg durante 45 minutos, a un flujo neutrónico térmico del orden de 10^9 n.cm⁻².s⁻¹, se obtienen, por espectrometría gamma, señales analíticas con estadísticas de medición mejores que 1%, para ⁷⁶As, ¹³¹Ba, ¹⁴¹Ce, ⁶⁰Co, ¹³⁴Cs, ¹⁸¹Hf, ¹⁴⁰La, ²⁴Na, ¹²²Sb, ⁴⁶Sc, ¹⁵³Sm y ²³³Pa, mientras que ⁵¹Cr, ¹⁵²Eu, ⁴²K, ⁸⁶Rb, ¹⁷⁵Yb y ⁶⁵Zn pueden ser detectados con estadísticas de medición del orden de 1% a 2%. Por otro lado, las estadísticas de medición para ¹⁷⁷Lu, ¹⁴⁷Nd, ²³⁹Np, ¹⁶⁰Tb y ¹⁸¹Ta son relativamente pobres, con órdenes entre 3% y 10%. Se discute la posibilidad de realización de determinaciones cuantitativas confiables, teniendo en cuenta la complejidad del análisis de los objetos cerámicos enteros, que involucra factores tales como masas relativamente altas, al igual que formas asimétricas y variables.

Abstract

The feasibility of the instrumental neutron activation analysis of entire pieces of archaeological pottery, using low thermal neutron fluxes, is examined. The study takes into account the chemical elements relevant for archaeological investigations, as well as the degree of accuracy required for such kind of research. It is shown that after irradiation of a typical pottery sample of about 1 kg during 45 minutes, at a thermal flux of about 10^9 n.cm⁻².s⁻¹, analytical signals are obtained, by gamma spectrometry, with counting statistics better than 1%, for ⁷⁶As, ¹³¹Ba, ¹⁴¹Ce, ⁶⁰Co, ¹³⁴Cs, ¹⁸¹Hf, ¹⁴⁰La, ²⁴Na, ¹²²Sb, ⁴⁶Sc, ¹⁵³Sm and ²³³Pa, whereas ⁵¹Cr, ¹⁵²Eu, ⁴²K, ⁸⁶Rb, ¹⁷⁵Yb and ⁶⁵Zn can be detected with counting statistics within 1% and 2%. On the other hand, the statistics of measurement are relatively poor (orders of 3% - 10%) for ¹⁷⁷Lu, ¹⁴⁷Nd, ²³⁹Np, ¹⁶⁰Tb and ¹⁸¹Ta. The feasibility of accomplishment reliable quantitative determinations, taking into account the complexity of the analysis of entire pieces of archaeological pottery is discussed, which involves factors such as high masses, as well as asymmetric and variable shapes.

1. Introducción

El análisis por activación neutrónica instrumental (INAA) se ha venido utilizando desde 1957 para la caracterización química elemental cuantitativa de cerámicos arqueológicos, con la finalidad de establecer su procedencia [1-5].

La forma tradicional de efectuar el análisis consiste en extraer pequeñas porciones del

cerámico arqueológico o del fragmento de interés, operación que causa un cierto grado de deterioro de los objetos bajo estudio, y por cuya razón a menudo no es permitida por los arqueólogos y los profesionales encargados de la conservación de los especímenes. Se origina, en consecuencia, un conflicto entre la necesidad real de conocer la composición

* Correspondencia autor: pbedregal@ipen.gob.pe

química elemental de los objetos cerámicos y el requerimiento de preservar su integridad.

La obvia respuesta a esta aparente contradicción es la necesidad de desarrollar técnicas no destructivas de determinación, donde la noción de muestreo debe ser reemplazada por la concepción de que la muestra en proceso de análisis es la pieza en sí misma.

El análisis por activación neutrónica de muestras grandes [6-8], ofrece una alternativa potencial para las determinaciones multielementales en cerámicos arqueológicos enteros. No obstante, es una técnica que se encuentra aún en fase de desarrollo y en la que deben solucionarse problemas tanto operativos como de cálculo. Entre los factores que representan inconvenientes o inclusive imposibilitan los procesos de análisis de muestras de tamaño considerable se encuentran:

- Dificultad en disponer de una posición adecuada de irradiación.
- Generación de altas actividades, con el consiguiente problema de seguridad radiológica, si las posiciones de irradiación se encuentran en el núcleo o son cercanas a él.
- Distribución irregular del flujo neutrónico, no sólo en razón de las variaciones axiales y radiales, sino también por el efecto de auto-depresión que generan los componentes mayores de las muestras.
- Dificultad en definir una curva adecuada de eficiencia del detector (cambiante prácticamente de objeto a objeto) donde la autoabsorción de la radiación gamma es un componente de complicación adicional.

Los dos factores mencionados en último término representan problemas serios en la consecución de resultados precisos y confiables, respuesta última que debe asegurarse para hacer viable la aplicación de los datos en estudios arqueológicos de procedencia.

Los enfoques tradicionales para su resolución se basan en el desarrollo de factores de corrección muy complejos. En este caso el cuestionamiento no surge de la obtención del dato, puesto que las computadoras actuales

permiten la realización de las operaciones matemáticas sin implicar tiempos largos de procesamiento, sino de su validez. Se trata de factores cuya dimensión puede ser cercana al valor numérico del dato original a ser corregido o incluso superior, y donde no existe forma alguna de asegurar su confiabilidad (Obviamente, no existe un material certificado o un patrón de comparación que pueda actuar de referencia para asegurar la calidad del análisis).

El presente trabajo ha sido realizado como parte de las actividades previstas en el Contrato de Investigación OIEA 15224, que está destinado al desarrollo de métodos de análisis por activación de objetos arqueológicos enteros. Se describen los pasos de la exploración preliminar de la factibilidad, bajo concepciones diferentes a las hasta aquí desarrolladas en otros laboratorios; la propuesta consiste en la irradiación, en un dispositivo rotatorio, a un flujo neutrónico bajo (10^9 n.cm⁻².s⁻¹ o menor) y la estandarización mediante réplicas comerciales de las piezas originales. Es posible así formular una nueva metodología de análisis.

2. Experimental

2.1 *Tratamiento inicial*

El objeto cerámico que se empleó para las experiencias es una réplica de una famosa cerámica de estilo Mochica, adquirido en un mercado local de artesanía (Figura 1) con una masa de 783 gramos. Con el objeto de averiguar su composición en componentes mayores y traza se extrajeron, empleando una broca de carburo de tungsteno, pequeñas muestras parciales, en forma de polvo, de diversas partes de este objeto, hasta obtener una muestra global del orden de 350 mg, que se dividió en dos fracciones de 154 y 165 mg. Ambas submuestras se analizaron mediante la técnica de activación neutrónica, según el método del k_0 [9,10]. Con propósitos de control de calidad analítica se analizó también una muestra del material de referencia Ohio Red Clay [11]. Las condiciones de irradiación y medición empleadas han sido descritas en otros trabajos realizados en el Departamento de Química del Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) [12].



Figura 1. Fotografía del objeto cerámico en estudio.

2.2 Irradiación

El objeto cerámico se irradió a la salida de uno de los tubos radiales del reactor nuclear de 10 MW del Centro Nuclear RACSO (IPEN) con un flujo de neutrones térmicos de $1,3 \times 10^9 \text{ n.cm}^{-2}.\text{s}^{-1}$, durante 45 min, empleando un dispositivo rotatorio (Figura 2) con una velocidad de 0,2 rpm.

El sentido del dispositivo, cuyo diseño se efectuó para este trabajo, es asegurar que en condiciones de operación rutinaria, muestra y estándar reciban el mismo flujo integrado.



Figura 2. Dispositivo rotatorio de irradiación. Se muestra una parte del objeto cerámico en estudio.

Después de tiempos de decaimiento de 5 y 10 días se realizaron las mediciones por espectrometría gamma de alta resolución, empleando un detector de Ge intrínseco, ORTEC GEM70P4 de 70% de eficiencia relativa y con una relación pico / Compton de 70 para la energía de 1332,5 keV. Los tiempos de medición fueron de 21600 y 100000 segundos, respectivamente.

Los espectros gamma se procesaron empleando el programa GENIE 2000 de CANBERRA.

3. Resultados y Discusión

Los nucleidos detectados para cada elemento y sus características relevantes se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Elementos y nucleidos detectados.

Elemento	Nucleido	Período (días)	Decaimiento (días)	Energía gamma (keV)
Antimonio	Sb-122	2,724	5	564
Arsénico	As-76	1,09	5	559
Bario	Ba-131	11,5	10	216; 496
Cerio	Ce-141	32,51	10	145
Cobalto	Co-60	1925,3	10	1173; 1332
Cromo	Cr-51	27,7	10	320
Cesio	Cs-134	755,0	10	569; 604; 796
Escandio	Sc-46	83,83	10	889; 1121
Europio	Eu-152	4950,2	10	1408
Hafnio	Hf-181	42,39	10	482
Hierro	Fe-59	44,5	10	1099; 1291
Lantano	La-140	1,678	5	328; 487; 1596
Lutecio	Lu-177	6,73	5	113; 208
Neodimio	Nd-147	10,98	10	531
Potasio	K-42	0,515	5	1525
Rubidio	Rb-86	18,63	10	1076
Samario	Sm-153	1,938	5	103
Sodio	Na-24	0,626	5	1369
Tantalio	Ta-182	114,4	10	1221
Terbio	Tb-160	72,3	10	879
Torio	Pa-233	26,97	10	312
Uranio	Np-239	2,357	5	106; 277
Yterbio	Yb-175	4,185	5	396
Zinc	Zn-65	244,3	10	1115

En la Tabla 2 se muestran los resultados obtenidos en el análisis por duplicado del objeto cerámico en estudio, para los 24 elementos detectados. Se indica también el

coeficiente de variación, desviación porcentual de cada resultado con respecto al promedio, calculado como la diferencia entre los resultados, dividida por dos veces el promedio y multiplicada por 100.

Cromo, lutecio, neodimio, tantalio, uranio y zinc presentan coeficientes de variación mayores que 10 %, debido a una estadística pobre de las señales analíticas obtenidas a partir del análisis por activación neutrónica instrumental de las muestras en polvo. Por la misma razón otros dos elementos, europio y terbio, registran coeficientes de variación con órdenes de 7 % y 5 %, respectivamente.

Tabla 2. Composición del objeto estudiado.

Elemento	Resultados (mg · kg ⁻¹)		
	Réplica 1	Réplica 2	Coefficiente de variación
Antimonio	3,28	3,26	0,30
Arsénico	30	32	3,2
Bario	4380	4420	0,45
Cerio	76	77	0,65
Cobalto	22	21	2,3
Cromo	33	25	14
Cesio	24	26	4,0
Escandio	11,34	11,29	0,44
Europio	1,3	1,5	7,1
Hafnio	9,0	9,2	1,1
Hierro	33700	33600	1,5
Lantano	37	36	1,4
Lutecio	0,3	0,5	25
Neodimio	17	39	39
Potasio	28400	27000	1,1
Rubidio	126	128	0,79
Samario	5,4	5,2	1,9
Sodio	17450	17420	0,086
Tantalio	1	0,8	11
Terbio	1	0,9	5,3
Torio	17,6	17,1	1,4
Uranio	3	6	33
Yterbio	2,2	2,1	2,3
Zinc	85	130	21

Los resultados de los otros 16 elementos analizados muestran una precisión que se suele aceptar como satisfactoria para muchos propósitos analíticos. En el caso del presente trabajo, interesa contrastar los resultados

presentados en la tabla 2 con la lista de elementos de interés para investigaciones arqueológicas y con el grado de exactitud (que incluye los conceptos de precisión y veracidad) requerido para tales investigaciones.

En general, la elección de los elementos a ser determinados varía para cada problema arqueológico específico. Como principio general, son de importancia aquellos elementos que tienen una marcada diferenciación geoquímica durante el proceso de cristalización de las rocas ígneas, cuya meteorización dio origen a las arcillas luego empleadas en la manufactura de objetos cerámicos. Ellos se concentran en la fracción fina de la arcilla (0.25 μm – 1 μm) en niveles del orden de 10² mg.kg⁻¹. Entre los elementos importantes se encuentran el cromo, el torio, el escandio y los lantánidos [13], que por su inmovilidad geoquímica proporcionan la base primaria para la conformación de patrones de comportamiento en estudios de procedencia, al establecer las mayores fuentes de variabilidad química entre cerámicos de distinta procedencia, aun si ellas son de época y estilo análogos. Así, tales elementos se constituyen en una especie de “huella digital”.

Estos elementos experimentan procesos de concentración causados por los factores climáticos que dan lugar a la formación de los lechos de arcilla; debido a esto, sus concentraciones resultantes determinan las diferencias encontradas en las distintas arcillas, que se traslada a la composición de los objetos cerámicos fabricados a partir las mismas [13]. Siguiendo la misma referencia, también son importantes los elementos alcalinos y alcalinotérreos (Na, K, Rb, Cs, Mg, Ca, Sr, Ba), que están presentes en los feldspatos, constituyentes de los minerales más abundantes en la corteza terrestre. Finalmente [13] los metales de transición (Mn, Fe, Co, etc.) se encuentran en mayores proporciones en los sedimentos oxidados y podrían revelar la presencia de inclusiones de óxidos metálicos en la pasta cerámica.

El párrafo anterior sugiere una lista general de los elementos cuyas concentraciones deberían ser determinadas de manera prioritaria: alcalinos, alcalinotérreos, elementos de transición y lantánidos. Esta

lista tiene que ser conciliada con los elementos que se pueden determinar mediante análisis por activación neutrónica instrumental en muestras de cerámica, que no incluye, por ejemplo, a todos los lantánidos ni a todos los elementos de transición. Por otra parte, no sería conveniente descartar a priori a algunos elementos, tales como aluminio, galio, arsénico y antimonio, que aunque no pertenecen a ninguna de estas categorías son determinables mediante análisis por activación neutrónica instrumental.

Adicionalmente, se deben determinar las concentraciones de los elementos importantes con un grado de exactitud suficiente para el propósito de establecer la procedencia de los cerámicos arqueológicos analizados [14-16]. Siguiendo a Bishop [16], se requiere que varios de los elementos sean determinados “con errores analíticos menores que 5%”, si se tienen que resolver preguntas comunes sobre la producción de la cerámica arqueológica a un nivel intra-regional, mientras que para problemas a nivel interregional se pueden tolerar errores analíticos algo mayores. De hecho, cuantos más elementos se puedan determinar “con errores analíticos menores a 5%” y cuanto menores sean dichos errores, mejor se podrá diferenciar la procedencia de cerámicos pertenecientes a regiones geográficas cercanas.

La precisión con la que se puedan medir las señales analíticas de espectrometría gamma dependerá de los factores siguientes:

- La masa de la muestra a ser analizada, que determinará la activación inducida en la muestra. En el caso de objetos cerámicos enteros es importante tener en cuenta el grado de auto-depresión del flujo neutrónico durante la etapa de irradiación.
- Las concentraciones de los diversos elementos presentes en el objeto cerámico.
- La forma y el tamaño de la muestra (que determinará la eficiencia de medición).
- El flujo neutrónico disponible en la facilidad de irradiación (en este caso, entre aproximadamente $2,5 \times 10^6$ y $1,5 \times 10^9$ n.cm⁻².s⁻¹) así como el tiempo de irradiación. Se necesita obtener una buena estadística de medición para cada

una de las señales de interés, pero por otra parte se debe asegurar, en forma simultánea, que el objeto cerámico analizado pueda volver a ser manipulado sin riesgo radiológico para los arqueólogos, un tiempo razonable después de la irradiación.

Los dos primeros factores mencionados requieren una discusión adicional, de carácter conjunto. En efecto, los datos de la Tabla 1 se refieren a un objeto cerámico fabricado en la época actual, que posee una masa del orden de 800 g y una composición química específica. Para poder establecer la factibilidad del análisis por activación neutrónica instrumental de objetos cerámicos enteros, se deben examinar los rangos de variación de las masas de las muestras de cerámicas arqueológicas y de las concentraciones de los elementos químicos presentes en ellas.

Existe un número importante de objetos cerámicos enteros de dimensiones tan grandes como la estatura de una persona, y por lo tanto con masas del orden de decenas de kilogramos; se considera aquí que el análisis de tales objetos enteros plantea un problema de solución muy difícil y costosa. En consecuencia, de manera arbitraria se ha fijado en el presente proyecto un rango de masas entre aproximadamente 400 g y 2 kg. Hecho esto, el tamaño debería quedar simultáneamente fijado en una escala manejable. Las primeras tres columnas de la Tabla 3 contienen una evaluación experimental preliminar de los rangos de concentración de los elementos presentes en un objeto cerámico arqueológico típico. Los datos se han tomado de los registros del laboratorio de los autores y corresponden a unas 600 muestras de cerámicas peruanas precolombinas, pertenecientes a diversas culturas y localidades separadas por varios cientos de kilómetros. La cuarta columna contiene valores redondeados de las concentraciones de los elementos encontrados en el objeto cerámico estudiado en el presente trabajo. Una comparación directa entre los valores encontrados y los valores mínimos y máximos esperados para un objeto cerámico arqueológico muestra que el objeto estudiado en el presente caso es completamente típico, aun cuando la

concentración encontrada de bario está casi en el borde superior del rango. Es importante notar que la precisión de las señales analíticas de espectrometría gamma es mejor que 1% para ^{76}As , ^{131}Ba , ^{141}Ce , ^{60}Co , ^{134}Cs , ^{181}Hf , ^{140}La , ^{24}Na , ^{122}Sb , ^{46}Sc , ^{153}Sm y ^{233}Pa . Asimismo, ^{51}Cr , ^{152}Eu , ^{42}K , ^{86}Rb , ^{175}Yb y ^{65}Zn se han detectado con estadísticas de medición de órdenes de 1% a 2%. Finalmente, ^{177}Lu , ^{147}Nd , ^{239}Np , ^{160}Tb y ^{181}Ta presentan señales con estadísticas de medición pobres, entre 3% y 10%.

De los datos de la Tabla 3 se puede inferir que en el análisis por activación de objetos cerámicos enteros una irradiación de 45 minutos, a un flujo neutrónico térmico de 10^9 n.cm⁻².s⁻¹ es adecuada, desde el punto de vista de la precisión de las señales analíticas obtenidas, para varios elementos químicos relevantes en estudios arqueológicos. Por otra parte, la precisión para algunos elementos importantes como lutecio, neodimio y tantalio es inaceptablemente pobre.

Tabla 3. Rango de concentraciones de elementos en cerámicos arqueológicos típicos comparados con el objeto cerámico estudiado.

Elemento	Máximo (mg . kg ⁻¹)	Mínimo (mg . kg ⁻¹)	Encontrado (mg . kg ⁻¹)	Señal Obtenida (cuentas)	Precisión (%)
As	1,3 x 10 ²	1	3,1 x 10 ¹	9,8 x 10 ³	0,4
Ba	4,5 x 10 ³	4,0 x 10 ²	4,4 x 10 ³	1,4 x 10 ⁵	0,4
Ce	2,8 x 10 ²	2,5 x 10 ¹	7,6 x 10 ¹	7,5 x 10 ⁴	0,6
Co	5,0 x 10 ¹	5	2,2 x 10 ¹	2,8 x 10 ⁴	0,8
Cr	5,5 x 10 ²	8	2,9 x 10 ¹	1,4 x 10 ⁴	1,6
Cs	6,0 x 10 ¹	2	2,5 x 10 ¹	8,6 x 10 ⁴	0,4
Eu	4	7,0 x 10 ⁻¹	1,4	8,0 x 10 ³	1,3
Fe	7,9 x 10 ⁴	1,7 x 10 ⁴	3,4 x 10 ⁴	1,7 x 10 ⁵	0,3
Hf	1,2 x 10 ¹	2	9,1	8,0 x 10 ⁴	0,4
K	7,3 x 10 ⁴	4,4 x 10 ³	2,8 x 10 ⁴	3,7 x 10 ⁴	1,3
La	1,3 x 10 ²	1,3 x 10 ¹	3,5 x 10 ¹	2,0 x 10 ⁵	0,3
Lu	7,0 x 10 ⁻¹	2,0 x 10 ⁻¹	4,0 x 10 ⁻¹	3,0 x 10 ⁴	2,6
Na	3,2 x 10 ⁴	4,0 x 10 ³	1,7 x 10 ⁴	3,0 x 10 ⁶	0,1
Nd	1,1 x 10 ²	2,0 x 10 ¹	3 x 10 ¹	4,0 x 10 ³	10,0
Rb	3,0 x 10 ²	2,7 x 10 ¹	1,3 x 10 ²	2,0 x 10 ⁴	1,2
Sb	1,1 x 10 ¹	4,3 x 10 ⁻¹	3,3 x 10 ⁻¹	3,6 x 10 ⁴	0,8
Sc	3,3 x 10 ¹	8	1,1 x 10 ¹	5,7 x 10 ⁵	0,2
Sm	1,9 x 10 ¹	3	5,3	3,0 x 10 ⁵	0,2
Sr	1,3 x 10 ³	2,0 x 10 ²	6,4 x 10 ²	5,0 x 10 ³	3,5
Ta	3	5,0 x 10 ⁻¹	0,9	2,6 x 10 ³	7,0
Tb	8	4,0 x 10 ⁻¹	1	5,0 x 10 ³	3,2
Th	4,8 x 10 ¹	2	2,6 x 10 ¹	1,3 x 10 ⁵	0,3
U	9	7,0 x 10 ⁻¹	5	1,1 x 10 ⁴	4,7
Yb	8	1	2,1	1,8 x 10 ⁴	1,3
Zn	7,6 x 10 ²	2,3 x 10 ¹	1 x 10 ²	1,2 x 10 ⁴	1,2

En principio podría considerarse que el uso de un flujo neutrónico más alto o de un tiempo de irradiación mayor (o ambos combinados) incidiría favorablemente en una mejora de la precisión. Sin embargo, es necesario tener en cuenta que el flujo neutrónico máximo disponible está limitado por el diseño del reactor nuclear usado. A esta consideración se agregan los factores inherentes a la seguridad radiológica, con relación a la manipulación de la muestra irradiada. La medición de la dosis en contacto del objeto cerámico irradiado dio un valor de 0,8 μSv/h, después de un tiempo de decaimiento de 10 d. Este valor es el doble del máximo permitido para personal no laboralmente expuesto y representa un

problema que debe ser resuelto, ya que es dable suponer que arqueólogos y encargados de colecciones querrán tener las piezas a su disposición en el más breve plazo posible. En la Tabla 3 se puede observar que la señal de espectrometría gamma más prominente, después de 10 días de decaimiento, corresponde al ^{46}Sc , con una dimensión del orden de 6×10^5 cuentas, seguida por la señal del ^{59}Fe , cuyo orden es de 2×10^5 cuentas. De estos datos se puede inferir que para que la dosis en contacto disminuya a la mitad se debería esperar durante al menos un período de semidesintegración del ^{46}Sc , es decir, cerca de tres meses. El tiempo de espera necesario se incrementaría si se usara un flujo

neutrónico mayor o un tiempo de irradiación más largo.

Por otra parte, es importante notar que un contenido de 11 mg/kg de escandio (cerca del límite inferior del rango de concentraciones esperado) da señales analíticas del orden de 6×10^5 cuentas para las energías gamma de 889 y 1120 keV en una muestra del orden de 800 g. Es evidente que la precisión con la que se puedan medir señales de energías gamma menores estará significativamente afectada por el fondo debido al efecto Compton de las radiaciones emitidas por el ^{46}Sc . El problema sería apreciablemente mayor si la muestra bajo análisis tuviera un contenido de escandio del orden de 30 mg/kg. Teniendo en cuenta este problema y los aspectos de seguridad radiológica discutidos anteriormente, es posible concluir que el aumento de la fluencia de neutrones térmicos no mejoraría la precisión en la medición de los nucleidos emisores de radiación gamma menor que aproximadamente 1000 keV y con períodos de desintegración más cortos que el del ^{46}Sc . Una alternativa aplicable es considerar la eventual mejora en la calidad de la espectrometría gamma. Por ejemplo, el uso de un detector de 150% de eficiencia relativa, con una relación pico/Compton de 90, incrementaría la intensidad de las señales detectadas en un factor 2, mientras el fondo Compton se incrementaría en un factor de 1,6. Si adicionalmente tal detector estuviera provisto de un sistema supresor de fondo Compton, el fondo disminuiría consecuentemente en un factor del orden de 2. Todo esto debería permitir una mejora apreciable de la precisión con la que se podrían medir, en general, las señales de energías bajas. A menudo, dicha precisión está limitada por el alto valor del fondo, que es causado por el efecto Compton de nucleidos tales como ^{46}Sc o ^{24}Na .

Factibilidad del análisis cuantitativo de objetos cerámicos enteros

Examinados los aspectos de precisión y seguridad radiológica que son los tópicos centrales del presente artículo, es importante considerar, de manera apriorística, la factibilidad de realizar el análisis por activación neutrónica instrumental cuantitativo de objetos cerámicos enteros “con errores analíticos menores que 5%”. En

adición a los factores que determinan la precisión con la que se pueden medir las señales analíticas de interés, la veracidad de los resultados que se obtengan dependerá del método de análisis utilizado. Por ejemplo, el uso del método absoluto o de métodos paramétricos requiere, entre otras, la corrección exacta de la auto-depresión del flujo neutrónico durante la irradiación y la eficiencia de medición durante la espectrometría gamma. Por otra parte el uso del método comparativo conlleva el problema de preparar un patrón de comparación adecuado.

En opinión de los autores, es factible realizar el análisis por activación cuantitativo de objetos cerámicos enteros, empleando el método que se propone a continuación:

- Preparar una réplica del cerámico de interés, con la misma masa, forma y tamaño que el objeto original (dentro de un margen de tolerancia aceptable). Esto no es un problema mayor, ya que existen ceramistas que, de hecho, fabrican réplicas de piezas valiosas, con calidad tal que se exhiben en exposiciones que se realizan en diversas partes del mundo [17]. Es conveniente preparar la réplica empleando una pasta cerámica de textura fina y de la mejor homogeneidad disponible.
- Tomar pequeñas muestras, del orden de 300 mg cada una, de la réplica preparada, empleando una broca de carburo de tungsteno de alta pureza.
- Determinar las concentraciones de los elementos de interés en dichas muestras, mediante análisis por activación neutrónica instrumental, con la mejor exactitud (precisión y veracidad) posible.
- Irradiar simultáneamente la réplica y el objeto cerámico original, cuidando que ambas reciban el mismo flujo neutrónico, durante el mismo tiempo. Esto requerirá el uso de un dispositivo rotatorio de irradiación, de características especiales, y que se encuentra actualmente en fase avanzada de desarrollo.
- Medir la actividad inducida en la réplica y el objeto original, para cada uno de los nucleidos de interés, mediante espectrometría gamma de alta resolución. Es importante asegurar la misma geometría de medición para ambos.

- Calcular las concentraciones de los elementos de interés en el objeto cerámico problema (original), empleando a la réplica como patrón de comparación. De esta manera se cancelan factores de corrección importantes, como los de auto-depresión del flujo neutrónico y de la autoabsorción de las señales de espectrometría gamma, así como la eficiencia de detección de las señales analíticas.

El método propuesto representa una mejora significativa con relación a los ya existentes. Actualmente, se encuentra en fase de experimentación final, con el objeto de optimizar las condiciones operativas.

4. Agradecimientos

Los autores desean agradecer el apoyo financiero parcial del Organismo Internacional de Energía Atómica, mediante el Contrato de Investigación 15224.

5. Bibliografía

- [1] Sayre, E. V., Dodson, R. W. *Am. J. Archaeol.* 1957; 61, 35.
- [2] Sayre, E. V; Murrenhoff, A. Weick, C.F. *The Non-destructive Analysis of Ancient potsherds through Neutron Activation.* National Laboratory Report 518, Upton NY. 1958.
- [3] Bishop, R. L.; Neff, H. *Archaeol. Chem.* 1989; 4, 57.
- [4] Bishop, R. L. *Patterns and Process.* Smithsonian Center for Materials Research and Education, Washington, DC. 1999.
- [5] Glascock, M. D.; Neff, H. *Meas. Sci. Technol.* 2003; 14, 1516.
- [6] Bode, P., Overwater, R. M. W.; DE Goeij, J. J. M. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 1997; 216(1) 5.
- [7] Overwater, R. Bode, P.; De Goeij, J. J. M.; Hoogenboom, J. E. *Anal. Chem.* 1996; 68, 341.
- [8] Lin, X.; Henkelman, R. J. *Radioanal. Nucl. Chem.* 2002; 251(2), 197.
- [9] De Corte, F. *The k_0 Standardization Method.* Habil. Thesis, University of Ghent. 1987.
- [10] De Corte, F.; Simonits, A. *Atomic Data and Nuclear Data Tables* 2003; 85, 47.
- [11] Kuleff I, Djingova R. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 1998; 237(1-2):3.
- [12] Bedregal P. *Neutron activation analysis at the Peruvian Institute of Nuclear Energy.* En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. *Informe Científico Tecnológico 2002.* Lima: Perú; 2003. p. 62-67.
- [13] Bishop, R. I; Rossbach, M.; Padilla, R. *IAEA Technical Report Series 416,* Vienna, Austria. 2003.
- [14] Bishop, R. L.; Veletta C., Crown, P; De Atley, S. P. *Am. Antiq.* 1990; 55(3), 537.
- [15] Bishop, R. L; Blackman, M. J. *Acc. Chem. Res.* 2002; 35, 603.
- [16] Bishop, R. L. *IAEA Technical Report Series 416, Ch.2,* Viena, Austria. 2003.
- [17] Fresnais R. *Les secrets de fabrication de la salle du trésor – Caen.* Archives actualité quotidienne. Caen, disponible en <http://www.caen.maville.com/actualite/2008/09/25/caen/les-secrets-de-fabrication-de-la-salle-du-tresor-c-est-le-perou-17553545.html>

Análisis químico y cristalográfico de depósitos calcáreos acumulados en tanques de termas eléctricas domésticas con tratamiento magnético

Alcides López¹, Patricia Bedregal¹, Pablo Mendoza¹, Jorge Martínez², Rubén Rojas³, Julio Santiago^{1,4,*}

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Dirección de Servicios - Laboratorio de Radioquímica, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Dirección de Servicios - Dirección de Aplicaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

⁴ Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se presentan los resultados del análisis por activación neutrónica y microscopía electrónica de transmisión, de incrustaciones depositadas en los calefactores de dos termas de viviendas unifamiliares con patrones de consumo similares. Una de ellas no tuvo ningún tratamiento magnético (Muestra **A**) y en la otra se instaló un desincrustante magnético MHD en la tubería de ingreso de agua a la terma (Muestra **B**). Algunos elementos presentes en la muestra **B** incrementan su concentración con respecto a la muestra **A**, siendo los más notorios Fe (360%), Mn (330%), Co (140%) y Zn (110%). Por Difracción de Electrones se ha logrado identificar, tanto en **A** como en **B**, la presencia de CaCO₃ (en forma de calcita y aragonita) y Mn.

Abstract

The results of Neutron Activation Analysis and Transmission Electron Microscopy of incrustations deposited on the heater elements of two boilers of family houses with similar water consumption are presented. Sample **A** was obtained from a normal water heater but the other one was provided with a magnetic device MHD in the pipe of water entrance settled to the boiler (Sample **B**). Some elements in sample **B** increase their concentration with respect to the sample **A**, being the most notorious Fe (360%), Mn (330%), Co (140%) and Zn (110%). CaCO₃, as calcite and aragonite, and Mn, have been detected in both samples by Electron Diffraction of selected areas.

1. Introducción

La población a escala mundial se encuentra abastecida principalmente por aguas duras (altos contenidos de sales de Ca y Mg), con efectos negativos en usos domésticos e industriales. Por ejemplo, en los calderos industriales, los iones disueltos en el agua circulante son atraídos por la superficie de las tuberías, formándose capas o depósitos. Con el tiempo, estas capas provocan el estrangulamiento de las tuberías o producen aislamiento térmico de las calderas [1], lo cual disminuye drásticamente su rendimiento e incrementa sus costos de manutención o renovación.

Estos depósitos están constituidos principalmente de carbonatos o sulfatos de

calcio, sodio, potasio o magnesio, pero también puede contener óxidos metálicos y grasas. Su consistencia varía entre porosa y vítrea.

El tratamiento químico para eliminar estos depósitos incluye el uso de ácidos como el clorhídrico o fosfórico, los que son tóxicos y deterioran el medio ambiente. Además, debido a los constantes cambios de la dureza del agua no es posible en la práctica, determinar una dosis precisa [2].

El tratamiento magnético del agua se ha convertido en una importante alternativa al costoso tratamiento químico. Este proceso requiere de campos magnéticos

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

perpendiculares al flujo de agua no menores a 500 mT (valor que depende de la composición del agua y el pH) para un flujo de agua entre 0,5 y 2 m/s y un número de Reynolds en la región turbulenta [3]. Los experimentos demuestran que la formación de calcita sobre las superficies es disminuida exitosamente por este tratamiento [4]. Este proceso es sumamente económico, ya que no requiere mantenimiento ni operación manual directa, como en los procesos basados en osmosis inversa, intercambio iónico, ablandadores de agua, etc. [5].

En este trabajo se ha realizado el análisis de muestras depositadas en las tuberías de dos termas eléctricas, para obtener evidencias del efecto del campo magnético sobre la cristalización del carbonato de calcio en sus formas aragonita y calcita.

2. Experimental

Las dos muestras de sedimentos calcáreos estudiadas provienen de incrustaciones depositadas en las resistencias de termas (50 L) de dos viviendas unifamiliares con patrones de consumo similares. La muestra **A** (83,45 g) corresponde a las incrustaciones depositadas en un ambiente sin ningún tratamiento magnético, mientras que la muestra **B** (21,95 g) corresponde a incrustaciones depositadas en un ambiente con tratamiento magnético utilizando un desincrustante magnético después de 7 años de uso.

Ambas muestras fueron secadas a temperatura controlada, molidas y homogenizadas para ser preparadas para su análisis mediante la técnica de Análisis por Activación Neutrónica (AAN). Se pesaron aproximadamente 200 mg de muestra en viales de polietileno para su irradiación en el reactor RP-10 del Centro Nuclear RACSO, a 0,350 MW de potencia, con un flujo térmico de 10^{13} n·cm⁻²·s⁻¹. Para la cuantificación de Al, Ca, Cu, Mg, Mn, Sr y V, las muestras se irradiaron por 300 s y después de 200 s de decaimiento se midieron por un tiempo de 500s. Para la determinación de los demás elementos las muestras se irradiaron por 1600 segundos. Después de 2 días de decaimiento se realizó una primera medición de 2 horas para la cuantificación de As, Br, Ga, K, La, Na, U, Sb y W, mientras que para la cuantificación de Co, Fe y Zn se realizó una

segunda medición, después de 7 días de decaimiento. Se utilizó un sistema de espectrometría gamma con detector de Ge hiperpuro de 70% de eficiencia relativa (FWHM = 1,8 keV para el pico de 1408 keV de ¹⁵²Eu). La adquisición y el análisis de los espectros gamma se realizaron con el programa GENIE 2000 de Canberra y para el cálculo se usó el software desarrollado en el laboratorio.

Estas muestras también fueron estudiadas por Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) y Difracción de Electrones de Área Selecta (DEAS). Se utilizó un microscopio Philips EM 400 a 80 keV. Las distancias interplanares cristalinas obtenidas mediante DEAS fueron comparadas con fichas técnicas del Joint Committee of Powder Diffraction File empleados en Difracción de rayos X.

3. Resultados y Discusión

3.1 Análisis multielemental por AAN

La tabla 1 muestra la concentración de los elementos presentes en las muestras **A** y **B**, obtenida por AAN con su incertidumbre asociada al 95% de nivel de confianza. Se observa que la masa de muestra recogida en la terma sin tratamiento magnético es 73% mayor que la recogida en la terma con tratamiento magnético.

Las concentraciones de calcio y magnesio en la muestra **B** se mantiene sin variación significativa, con respecto a la muestra **A**. Sin embargo, los elementos As, Co, Fe, K, Mn y Sb incrementan su concentración significativamente. Elementos como Fe, Mn, Co y Zn, por sus propiedades magnéticas son atraídos para depositarse en el sistema instalado. La antigüedad de las termas en estudio, podría haber ocasionado el incremento en la formación de óxidos metálicos, como el óxido de hierro. Llama la atención la concentración alta de As en las muestras, sobre todo en la muestra **B**, ya que es de suponer, que el agua que circula en dichos dispositivos debería estar exenta de este elemento, que en concentraciones altas es tóxico. Es necesario hacer posteriores estudios para evaluar la fuente de dicho elemento.

Si consideramos que en el agua potable los cationes metálicos se encuentran principalmente como carbonatos y sulfatos

[6], es lógico pensar que, en las incrustaciones encontradas en las tuberías de las termas, el Ca y Mg se encuentran mayoritariamente como carbonatos por su menor solubilidad en comparación con los sulfatos respectivos. En estas sales la solubilidad disminuye con el incremento de la temperatura. De esta manera, podemos estimar que el CaCO_3 en sus dos formas cristalinas de calcita y aragonita representan el 98% (81.5 g) y 95% (20.9 g) de la masa de los depósitos calcáreos de las muestras **A** y **B** respectivamente.

Tabla 1. Resultados del análisis multielemental de las muestras **A** y **B** expresados en mg/kg \pm U (aprox. 95% de confianza).

Elemento	Muestra A	Muestra B
Al	760 \pm 45	716 \pm 43
As	68,3 \pm 3,3	81,0 \pm 4,0
Br	4,33 \pm 0,26	4,0 \pm 0,24
Ca*	31,8 \pm 1,7	28,4 \pm 1,5
Co	1,08 \pm 0,30	2,56 \pm 0,71
Cu	222 \pm 36	217 \pm 36
Fe*	0,34 \pm 0,04	1,54 \pm 0,19
K	46 \pm 16	61 \pm 22
La	0,215 \pm 0,030	0,216 \pm 0,030
Mg	5300 \pm 685	6420 \pm 830
Mn	62,7 \pm 5,7	272 \pm 25
Na	99,2 \pm 4,9	99,2 \pm 4,9
Sb	1,29 \pm 0,075	2,04 \pm 0,12
Sr	2402 \pm 218	1150 \pm 105
U	9,6 \pm 1,2	4,27 \pm 0,53
V	1,99 \pm 0,72	2,13 \pm 0,77
W	0,257 \pm 0,015	0,87 \pm 0,33
Zn*	3,30 \pm 0,16	6,97 \pm 0,34

* Resultados expresados en %

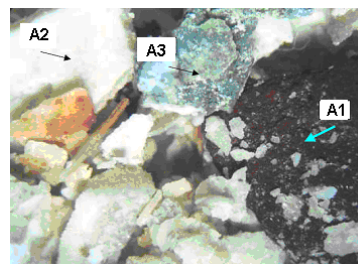
3.2 Análisis por microscopía óptica

Las muestras **A** y **B** se presentan al microscopio como una mezcla de partículas macroscópicas de formas y colores variados, las mismas que pudieron ser separadas y procesadas por separado para el análisis por TEM. En la muestra **A**, figura 1, se observaron partículas rojizas con aspecto de óxidos de hierro (A1), placas con aspecto de calcita (A2) y fragmentos metálicos (A3).

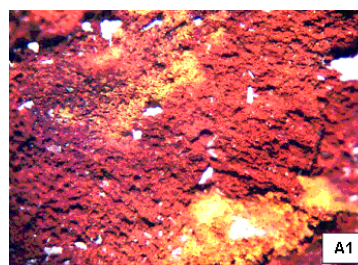
En la muestra **B**, figura 2, se han separado fragmentos en forma de placas con aspecto de calcita (B0), fragmentos grisáceos de aspecto metálico (B1) una mezcla de partículas claras y oscuras (B2), fragmentos anaranjados (B3) y fragmentos oscuros (B4). Las partículas oscuras de B2 fueron finamente triturados y una fina suspensión de

estas partículas fueron acercadas al campo magnético de un imán, lográndose que se acumularan cerca al polo magnético, evidenciando así sus propiedades ferromagnéticas. La muestra A1 no mostró esta particularidad. El aspecto del fragmento B4 es no metálico porque son fáciles de fracturar.

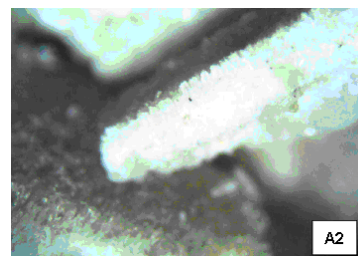
a)



b)



c)



d)

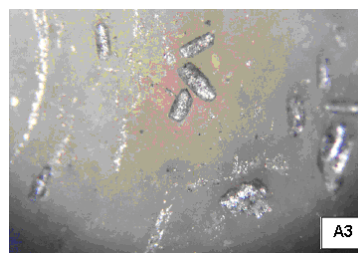


Figura 1. Micrografías de luz (30X) de la muestra **A** y de los fragmentos A1, A2 y A3.

La muestra **B** contiene una mayor cantidad de partículas oscuras amorfas que al aislarlas se mostraron magnéticas y que estarían constituidas básicamente de Co, Fe y Mn. En la muestra **A** estas partículas son escasas.

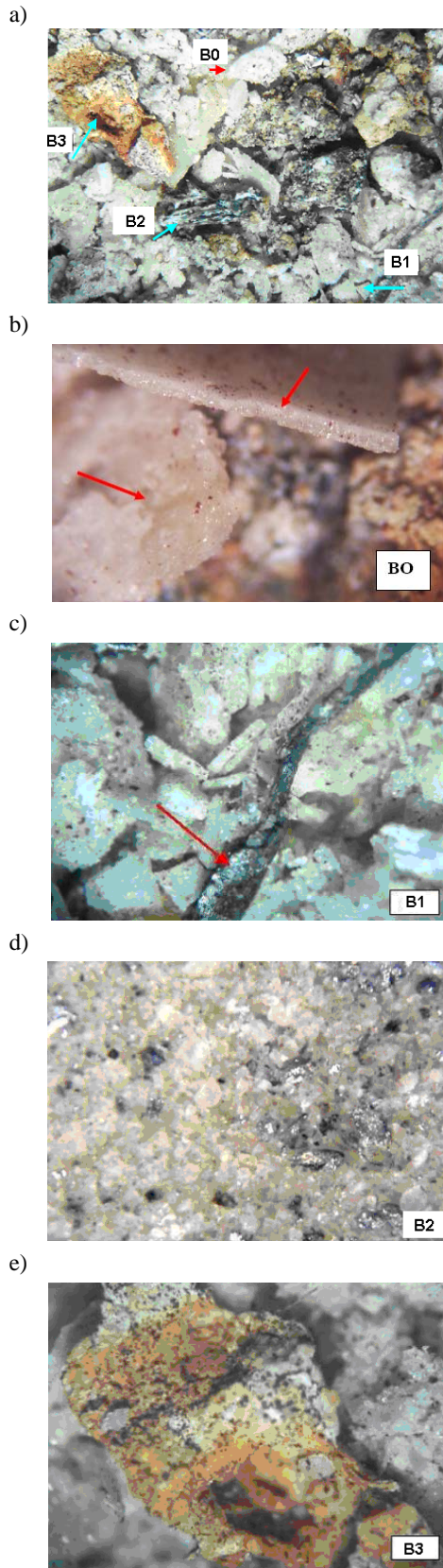


Figura 2. Micrografías de luz (30X) de la muestra **B** y de los fragmentos B0, B1, B2, B3.

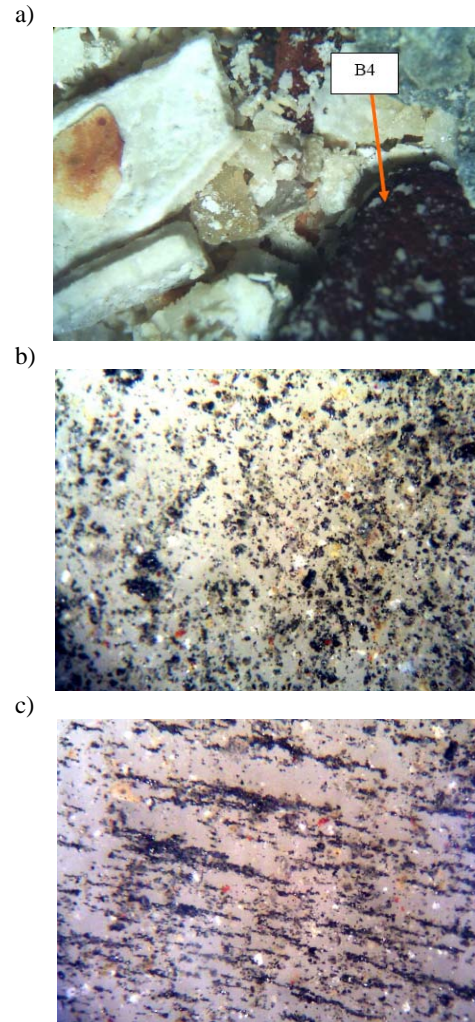


Figura 3. Partículas ferromagnéticas negras separadas de B4 y su alineamiento en presencia de un campo magnético.

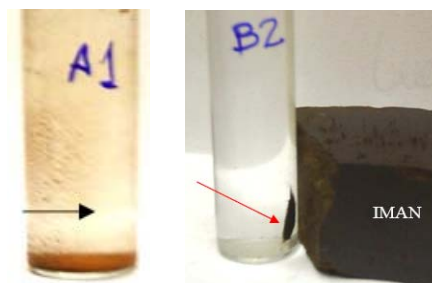


Figura 4. Columna de agua con una suspensión de las partículas oscuras de A1 y B2, el imán atrae a las partículas (flecha roja).

Por medio de del análisis por TEM y DEAS se ha encontrado que la muestra A coincide con la fase α del Mn, el CaCO_3 (en forma de calcita y aragonita) y trazas de Mn.

En la muestra **B** se han encontrado coincidencias con el $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (yeso), CaCO_3 en forma de Calcita y Aragonita, Mn y partículas magnéticas amorfas.

3.3 Análisis por MET y DEAS

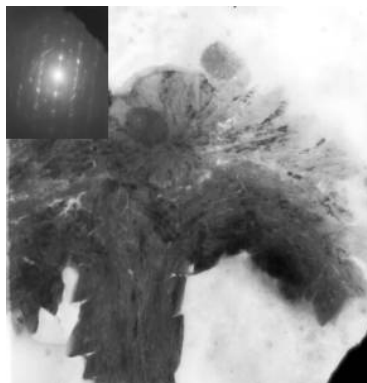


Figura 5. Micrografía MET a 30000X del fragmento A3 y patrón de difracción en la parte superior izquierda.

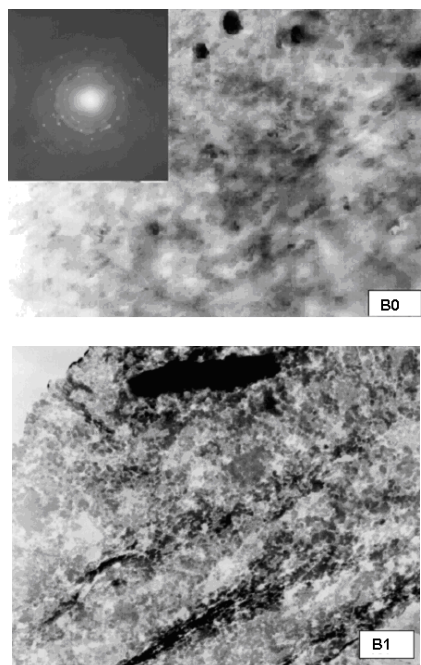


Figura 6. Micrográficas MET a 15000X de las muestras B0 con patrón de difracción de electrones en la parte superior izquierda. B1 es amorfo.

En ambas muestras se han identificado por DEAS al MgCO_3 . Otros compuestos observados son el siliciuro de níquel (en la muestra **A**), y el silicato de calcio y dióxido de manganeso (en la muestra **B**).

4. Conclusiones

El CaCO_3 sigue siendo el compuesto principal en los depósitos acumulados en las resistencias de las termas. Sin embargo, la concentración de metales como el Fe y Mn se incrementó considerablemente en los depósitos de la terma cuya entrada de agua recibió tratamiento térmico.

5. Agradecimientos

Al Ing. C. Gálvez por proporcionar las muestras estudiadas.

6. Bibliografía

- [1] Zavaleta M, Valera A, Rivas E, Mendoza A, Tinoco S. Efecto de campo magnético en el tratamiento de aguas duras. *TECNIA*. 1998; 8 (1): 69-76.
- [2] Kobe S, Drazic G, Cefalas A, Sarantopoulou E, Strazisar J. Nucleation and crystallization of CaCO_3 in applied magnetic fields. *Crystal Engineering*. 2002; 5: 243-253.
- [3] Coey J, Cass S. Magnetic water treatment. *Journal of magnetism and magnetic materials*. 2000; 209: 71-74.
- [4] Szkatula A, Balanda M, Kopeć M. Magnetic Treatment of industrial water Silica activation. *European Physical Journal Applied Physics*. 2002; 18: 41-49.
- [5] Orb M. Reducing formation of scale with magnetic descaler Entry to the Stockholm Junior water prize 2007 Estonia Joesva Co-Educational Gymnasium, Form 11B.
- [6] Servicio de Agua Potable y Alcantarillado de Lima. Programa de monitoreo del río Rimac y agua potable, parámetros físicos y químicos, 1999. Gerencia de Producción.

Análisis y evaluación de sedimentos del río Chillón mediante técnicas espectroscópicas de rayos x

Bibiano Miramira¹, Elvira Zeballos¹, Heber Chui¹, Edilberto Valencia¹, Paula Olivera^{2,*},
Yezeña Huaypar¹

¹ Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N,
Lima 1, Perú

² Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470,
Lima 41, Perú

Resumen

El objetivo del presente trabajo es hacer un monitoreo primario a los sedimentos del río Chillón a lo largo de su cauce, desde la provincia de Canta hasta su cruce con la carretera Panamericana Norte, con la finalidad de evaluar su grado de contaminación sobre la base de elementos químicos potencialmente tóxicos. Las técnicas de caracterización físico-química de Difracción y Fluorescencia de Rayos X (DRX y FRX respectivamente) han permitido tanto la identificación de los componentes cristalinos de los sedimentos así como la determinación cuantitativa de elementos contaminantes, como Pb, Zn, y Cu además de otros elementos, propios de este tipo de material.

Palabras claves: DRX, FRX, sedimentos, contaminación, río chillón

Abstract

The purpose of the present work is to perform a primary monitoring on the sediments of Chillón river along its river bed, since Canta province to its crossing with the Pan-americana Norte Highway, in order to evaluate its degree of contamination in base to potentially toxic chemical elements. Physical-chemistry characterization techniques such as Diffraction and Fluorescence of X-Rays (XRD and XRF respectively) allowed the identification of the crystalline components of the sediments as well as the quantitative analysis of elements contaminants, like Pb, Zn y Cu besides other elements typical from this type of material.

Keywords: DRX, FRX, sediments, pollution, Chillón river

1. Introducción

Son diversos los estudios de investigación, que se han desarrollado sobre el río Chillón considerando aspectos geográficos, geológicos, climáticos, ecológicos, etc. con resultados sobre los recursos y condiciones naturales topográficos, vegetación, clima, recursos humanos, actividad agraria y pecuaria. Especial atención ha merecido el aspecto ecológico y del medio ambiente, con resultados sobre las causas de la deforestación que produce el desequilibrio del ciclo hidrológico, la erosión acelerada, desaparición de agua y especies forestales, entre otros efectos.

La gran variedad de parámetros que se incluyen en el tema ambiental evidencia que éste no se encuentra circunscrito solamente a los problemas de contaminación si no que involucra aspectos relativos al uso y explotación de recursos naturales, salud

pública, variables demográficas y culturales, asentamientos humanos y actividades económicas, entre otros. Todos estos aspectos tienen que ver en la definición del marco de los procesos de un trabajo de campo integrado como el que pretendemos desarrollar y presentamos en esta propuesta, a fin de identificar lugares críticos de focos contaminantes del río durante su cauce desde Canta hasta Comas y determinar las causas y factores preponderantes de contaminación, mediante técnicas de campo y análisis físico, químico de muestras de sedimentos recolectadas en zonas estratégicas del río. Se procederá a la caracterización de los sedimentos por técnicas de rayos X, previa identificación de fases cristalinas y amorfas presentes en las muestras, lo cual nos permitirá determinar cualitativa y cuantitativamente las componentes

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

contaminantes. Los sedimentos del río Chillón son más finos y las gravas son de origen volcánico [1,2].

a. Difracción de Rayos X (DRX)

El material cristalino presenta un arreglo atómico característico para cada material, de manera que dos materiales no pueden presentar difractogramas idénticos [3,4,5]. El éxito en identificar una muestra desconocida radica tanto en la precisión de la medida así como en la pericia en el uso de los estándares. Cuando la calidad de estos últimos se incrementa, el problema de reconocimiento se hace más preciso. El refinamiento de un difractograma es efectuado en nuestro caso por el Método Rietveld [6].

b. Fluorescencia de rayos X (FRX)

Es una técnica química analítica multi-elemental, se basa en la irradiación de una muestra por un haz de fotones o partículas aceleradas de muy baja intensidad generando la emisión de rayos X característicos de los elementos presentes en la muestra, mediante su detección es posible identificar y cuantificar la concentración de los mismos.

La técnica de FRX es una excelente herramienta para caracterizar y evaluar la presencia de elementos químicos de $11 \leq Z < 90$. Como es el caso del presente trabajo donde nuestro interés particular está enfocado en el Pb, Zn, Cu, etc. en sedimentos de río.

2. Procedimiento experimental

2.1 Puntos de muestreo

Se eligió 6 puntos de muestreo a lo largo del río Chillón (Figura 1).

2.2 Muestreo

El muestreo se realizó según la siguiente secuencia:

2.2.1 Selección, limpieza y extracción de la muestra

Se extrae un puñado de arena en puntos diferentes de una superficie de aproximadamente 100 m^2 , se mezcla todas las muestras, se cuartea (divide en 4), se pasa por el cernidor de doble malla, todo ello se

cuartea nuevamente hasta obtener aproximadamente 1 kilogramo de muestra.

2.2.2 Tamizado y etiquetado de la muestra

Se utilizó adecuadamente un tamiz de 200 mesh para todas las muestras, seguidamente se guardaron en frascos de plástico una cantidad considerable (de 150 gramos aproximadamente), para analizar mediante las técnicas de DRX y FRX.

2.2.3 Preparación de la muestra para el análisis por DRX

Luego de obtener el tamaño de grano deseado de la muestra en polvo se procedió a verter el espécimen en un porta-muestras que proporciona el equipo y luego se ejerció pequeñas presiones sobre ésta con un mazo liso y plano, intentando lograr uniformidad y homogeneidad en la muestra; con esto se espera obtener una superficie nivelada con los bordes de la porta-muestra y perfectamente lisa. La comparación de medidas experimentales con estándares cristalográficos permitió la identificación de compuestos desconocidos. Se utilizó como base de comparación la JCPDS-ICDD Powder Diffraction File [1] que consta de información característica de materiales en polvo evaluados por difracción de rayos X.

2.2.4 Preparación de la muestra para el análisis por FRX

Se pesó 0,9 g de muestra y se agregó 0.1 g de aglutinante para preparar una pastilla de 2.5 cm de diámetro con la ayuda de una prensa hidráulica.

Se irradió la muestra por 3000 s con una fuente anular de Cd-109. La adquisición de datos se llevó a cabo con un sistema de espectrometría de rayos X, constituido principalmente por un detector de alta resolución, de Si (Li) marca ORTEC Modelo SLP 10190 (Resolución 190 eV para 5.89 KeV) y un Analizador Multicanal PCAII The Nucleus. La evaluación de espectros e identificación y cuantificación de los elementos presentes en las muestras se utilizó el Software Quantitative X Ray Analysis System (QXAS) proporcionado por el Organismo Internacional de Energía Atómica.

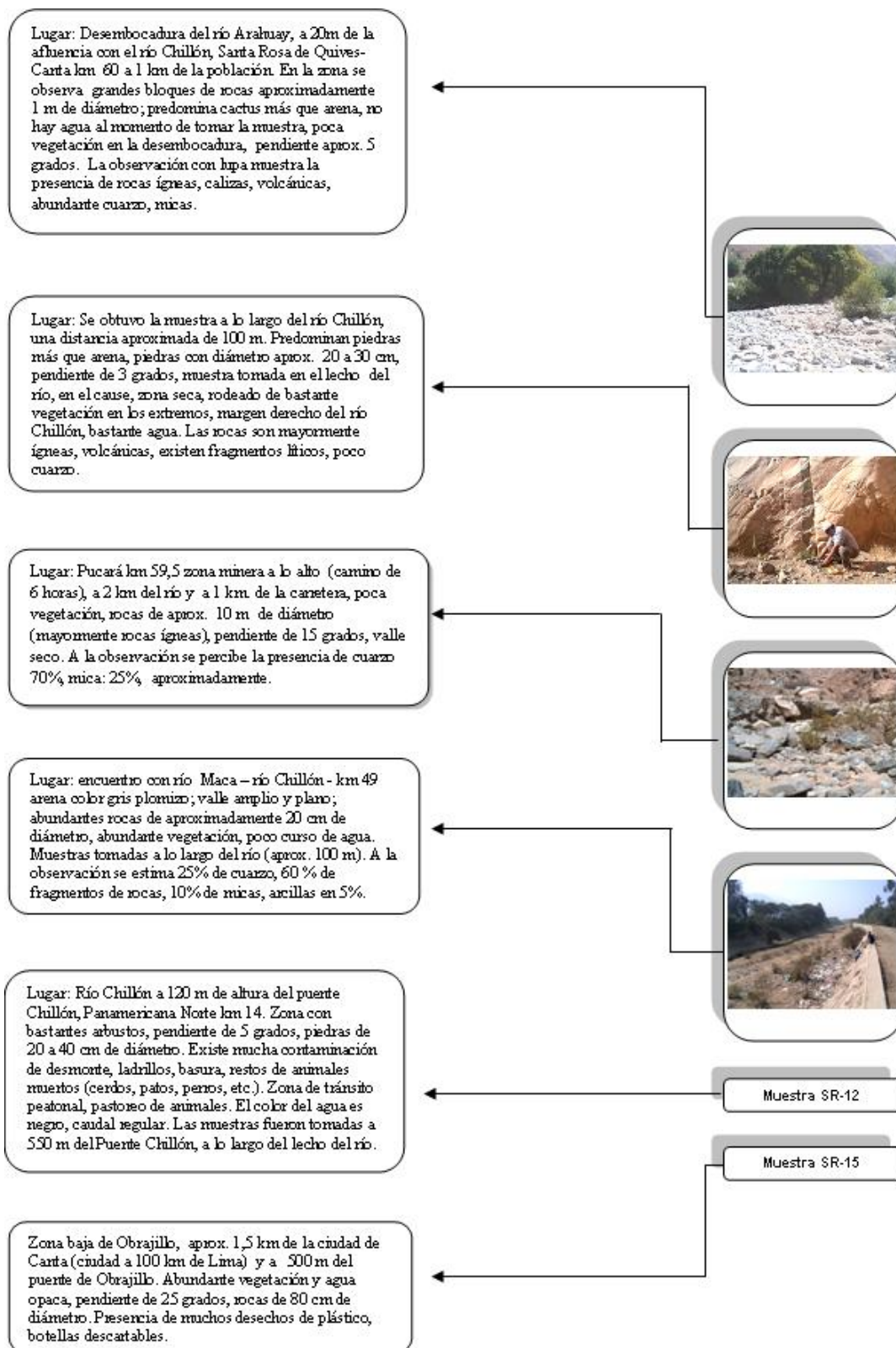


Figura 1. Puntos de muestreo y características de cada lugar.

3. Resultados y Discusión

3.1 Caracterización estructural por Difracción de Rayos-X

En los siguientes difractogramas presentamos las medidas de difracción para las muestras estudiadas. Aplicando el procedimiento presentado en la Sección 2, fueron identificadas las fases de las muestras con el uso de la base de datos JCPDS-ICDD Powder Diffraction File y el programa DRXwin.

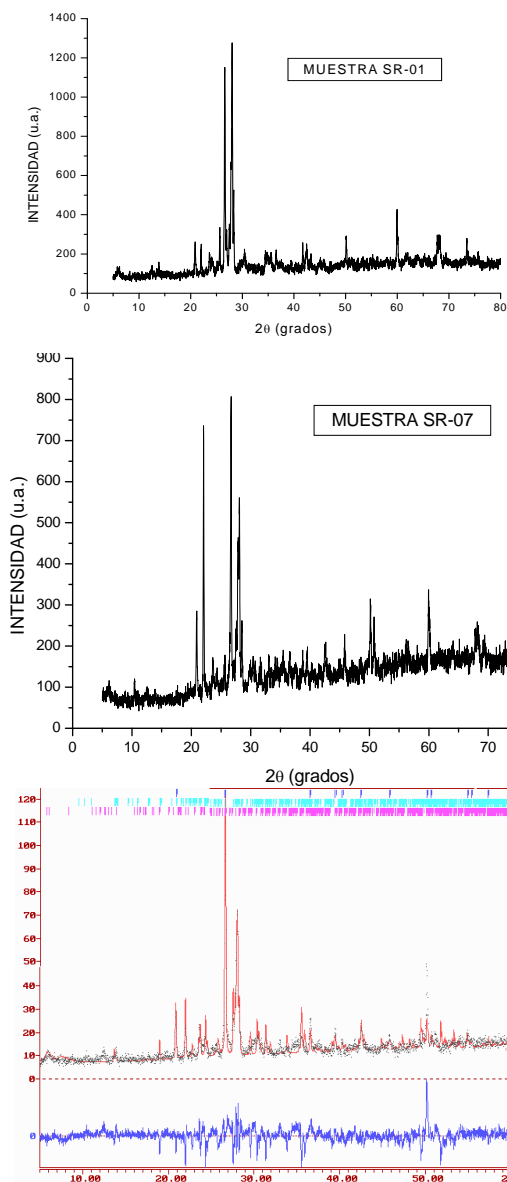


Figura 2. Difractogramas de las muestras SR-01, SR-07 y SR-09, respectivamente.

Se muestran también los resultados del refinamiento con el programa DBWS-9807^a del método Rietveld para las muestras SR-09, SR-11 y SR-12. Asimismo, fueron determinados por el método Rietveld los porcentajes en peso de cada fase presente en las muestras, los cuales presentamos en la Tabla 1.

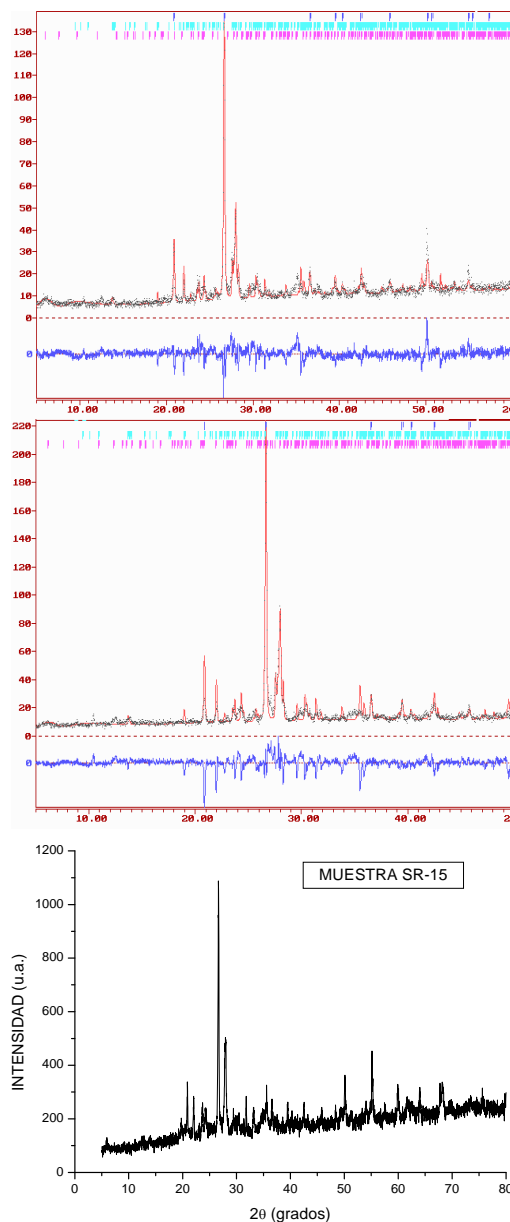


Figura 3. Difractogramas de las muestras SR-11, SR-12 y SR-13, respectivamente.

Tabla 1. Resultados del análisis de los difractogramas.

Muestras	Fases	Porcentaje en peso
SR-01	Quartz	17,76
	Anorthite	80,40
	Montmorillonite	1,84
SR-07	Quartz	17,51
	Anorthite	80,67
	Montmorillonite	1,81
SR-09	Quartz	15,45
	Anorthite	82,80
	Montmorillonite	1,75
SR-11	Quartz	28,86
	Anorthite	67,19
	Montmorillonite	3,95
SR-12	Quartz	22,81
	Anorthite	73,27
	Montmorillonite	3,92
SR-15	Quartz	24,46
	Anorthite	72,68
	Montmorillonite	2,86

Tabla 2. Análisis multi-elemental semi-cuantitativo por FRX.

Cod.Muestra	SR-01	SR-07	SR-09	SR-11	SR-12	SR-15
Cod.Lab.FRX	CD0135	CD0136	CD0146	CD0140	CD0141	CD0144
K (%)	1,5	1,5	1,5	1,5	1,6	1,2
Ca (%)	2,3	3,3	2,8	2,7	3,2	2,0
Ti K (%)	0,3	0,5	0,5	0,4	0,3	0,5
Mn (ppm)	565	826	504	486	453	422
Fe (%)	2,6	3,7	2,7	2,6	2,5	3,3
Co (ppm)	8,9	11,7	7,6	7,5	7,5	9,4
Cu (ppm)	24	13	< 11	< 11	< 11	< 11
Zn (ppm)	104	87	94	69	57	59
Rb (ppm)	102	78	83	79	74	64
Sr (ppm)	280	299	274	276	295	241
Y (ppm)	21	18	15	13	16	23
Zr (ppm)	204	144	198	170	147	181
Pb (ppm)	42	42	35	34	30	35

3.2 Medidas de Fluorescencia de Rayos X

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla N° 2, hacemos notar que en las muestras SR-01 y SR-07 existe una importante concentración de plomo, este es un elemento potencialmente contaminante. Esta muestra SR-07 lo obtuvimos de Pucará km 59, zona minera a lo alto (camino de 6 horas), a 2 km del río y a 1 km de la carretera, poca vegetación, rocas de aproximadamente 10 m de diámetro (mayormente rocas ígneas), pendiente de 15 grados, valle seco.

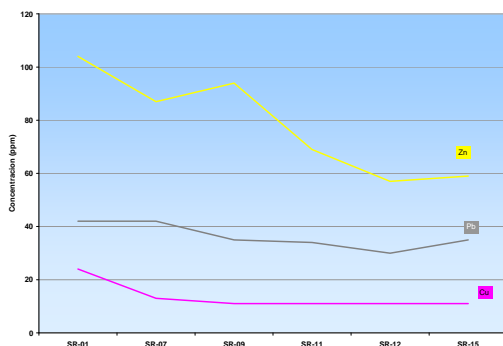


Figura 4. Distribución de las concentraciones de Zn, Pb y Cu en los diferentes puntos de muestreo.

4. Conclusiones

De la caracterización se obtuvo que en todas las muestras estudiadas están presentes las fases de cuarzo, anorthita y montmorillonita, en proporciones diferentes de una muestra a otra. La anorthita es la fase que predomina en todas las muestras, con porcentajes en peso que van desde 67% a 83% aproximadamente, en tanto que la montmorillonita está presente en proporciones inferiores al 4%, y la fase del cuarzo va desde 19% a 29 %.

A pesar de que en las muestras SR-01 y SR-07 se observa una concentración de plomo, elemento potencialmente contaminante de 42 ppm, valor mayor que los demás puntos de muestreo, teniendo en cuenta el carácter semicuantitativo de la técnica de FRX, cuyo error es de 9 %, se puede considerar que los niveles de plomo son homogéneos (Figura 4) y por debajo de los límites máximos permisibles para sedimentos de agua dulce que corresponde a 91,3 µg/g [8].

5. Bibliografía

[1] Guevara C. El Grupo Casma del Perú Central Entre Trujillo y Mala. Bol. Soc. Geol. Perú. 1980; 67: 73-83.

- [2] Trottereau G, Ortiz G. Geología de los Cuadrángulos de Chimbote y Casma. Com. Carta Geol. Nac. [Informe Interno]. 1963.
- [3] Klug HP, Alexander LE. X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials. New York: John Wiley & Sons; 1974.
- [4] Zachariasen WH. Theory of X-Ray Diffraction in Crystals. New York: John Willey and Sons. Chap.III; 1945.
- [5] Azároff LV. Elements of X-ray crystallography. New York: McGraw-Hill; 1968. p. 552.
- [6] Young RA, Larson AC y Paiva-Santos CO. User's guide to program DBWS-9807a for Rietveld analysis of X-ray and neutron powder diffraction patterns with a 'PC' and various other computers. School of Physics Georgia Institute of Technology Atlanta, GA 30332 (1999).
- [7] JCPDS-ICDD. JCPDS - International Centre for Diffraction Data. 2002.
- [8] Andrés Carsen, Perdomo A, Arriola M. Contaminación de Sedimentos del Río de la Plata y su Frente Marítimo. FREPLATA-Proyecto Protección Ambiental del Río de la Plata y su Frente Marítimo: Prevención y Control de la Contaminación y Restauración de Hábitats. "Casa de los Ximénez", Rbla. 25 de agosto de 1825 N° 580, CP 11000 Montevideo, Uruguay 2002.

Análisis por activación neutrónica del uranio basado en el método del *ksubcero* (AANI- k_0) en varios materiales

Patricia Bedregal*, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Eduardo Montoya, Blanca Torres

Departamento de Química, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El análisis por activación neutrónica basado en el método del *ksubcero* ha sido utilizado para determinar la concentración de uranio en diferentes tipos de matrices: roca, mineral, sedimento, fosfatos y agua. En todos los casos, la energía de 277,6 keV del ^{239}Np ha sido utilizada para su evaluación por no presentar interferencia y brindar una mejor estadística de medición. Los resultados obtenidos en dos materiales de referencia utilizados, muestran una buena concordancia con los reportados en el certificado.

Abstract

kzero neutron activation analysis technique has been used to analyze uranium in different kinds of matrixes: rock, mineral, sediment, phosphate and water. The peak energy of 277,6 keV of ^{239}Np has been used to its evaluation because it was free of interference and it provided a good counting statistics. The results obtained in two reference materials showed a good agreement with the expressed in the certified report.

1. Introducción

La potencia energética del uranio, combustible idóneo de los procesos de fisión nuclear, sobrepasa las posibilidades del petróleo y otros materiales fósiles: un gramo de uranio produce aproximadamente la misma cantidad de energía que tres toneladas de carbón. El CO_2 producido por los combustibles fósiles daña el ambiente y la salud humana [1].

El Perú es un país minero y el uranio es uno de los elementos de interés. Las reservas probadas de uranio son del orden de 1 800 t y están localizadas en la parte noroccidental del área de distribución de los volcánicos de la formación Quenamari, distrito de Corani, provincia de Carabaya, departamento de Puno [2].

En los últimos años, al igual que en las décadas de los años 70 y 80, se ha incrementado el interés por el análisis de uranio. La exploración y explotación del mismo, así como, la vigilancia ambiental, requieren de información analítica confiable para su identificación y cuantificación en la matriz de interés: mineral, roca, suelo, sedimento o agua.

Se ha identificado una variedad de métodos para el análisis de uranio en las matrices mencionadas: Fluorescencia de rayos X (FRX), análisis por detección de neutrones retardados (DNC), espectrometría de masas con plasma acoplado por inducción (ICP-MS), espectrometría de emisión atómica con plasma de acoplamiento inducido (ICP-AES), espectrometría gamma, ablación por laser-espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (LA-ICP-MS), fluorimetría (química húmeda), espectrometría ultravioleta/visible (UV/V S). Todos ellos han sido utilizados con grado variable de exactitud (5 a 25%) y el tiempo en producir los resultados varía de unos pocos minutos a varios días [3].

Las ventajas analíticas de la técnica de análisis por activación neutrónica instrumental (INAA), en muestras sólidas, sobre otras técnicas analíticas radica en que las muestras pueden ser analizadas directamente, sin necesidad de someterlas a procesos de desmineralización; la manipulación de la muestra es mínima y la sensibilidad alcanzada está en el orden de los $\mu\text{g}/\text{kg}$ con buena confiabilidad. En nuestro laboratorio venimos utilizando el método del *k-subcero* desde 1993 [4,5] por las ventajas

* Correspondencia autor: pbedregal@ipen.gob.pe

conocidas del método y tomando en consideración los datos nucleares recomendados por De Corte [6] para su aplicación.

Para el análisis de muestras líquidas, la aplicación de la técnica está limitada debido a los efectos de radiólisis (exceptuando los casos en los que se emplean ampollas de cuarzo bajo rigurosas medidas de seguridad); sin embargo, el método desarrollado y aplicado por el laboratorio [7], ha mostrado dar resultados confiables y límites de detección del orden de 2 µg/L de uranio en muestras de agua.

En este reporte se presenta los resultados del análisis por activación del uranio realizado, satisfactoriamente, en muestras de mineral, sedimento, roca, fosfatos y agua.

2. Experimental

2.1. Análisis de uranio en muestras de agua

Se evaporan 100 mL de muestra de agua acidificada con HNO₃, utilizando material limpio, en un horno microondas a temperatura controlada (Factor de preconcentración igual a 5). Se toman alícuotas de 0,200 mL, para ser depositadas en discos de papel filtro, se secan bajo lámpara infrarroja y se prensan para formar pastillas de 13 mm de diámetro, las que se colocan en pequeñas bolsitas de polietileno (previamente lavado con HNO₃ al 10%). Las muestras se empaquetan alternadas con comparadores de sodio y monitores de flujo para su irradiación.

2.2. Análisis de uranio en muestras sólidas

Aproximadamente 200 mg de muestra sólida se pesan en viales de polietileno rotulados y previamente lavados con HNO₃ al 10%. Se colocan en cápsulas de polietileno alternadas con comparadores de sodio.

2.3. Comparador en el análisis

A diferencia del método comparativo, el método del *ksubcero* utiliza un solo comparador. En nuestro laboratorio se utiliza como comparador sodio, el cual se prepara depositando una alícuota conocida de solución estándar de Na (grado espectroscópico) en discos de papel filtro o

en viales de polietileno, según se determine agua o muestras sólidas, respectivamente y se colocan junto con las muestras en las cápsulas para su irradiación.

2.4. Irradiación y medición

Las muestras de agua, monitores de flujo y comparadores de Na se irradian en cápsulas de aluminio por 5 horas en la posición A9-2y de la grilla del núcleo del reactor RP-10, a un flujo térmico de 10¹³ ncm²s⁻¹. Después de 5 días de decaimiento, las muestras y patrones son medidos utilizando un sistema de espectrometría gamma provisto con un detector de GeHP de 70% de eficiencia y 1,9 keV de resolución para el pico de 1332,5 keV de ⁶⁰Co.

Las muestras sólidas y comparadores de Na se irradian en cápsulas de polietileno por un tiempo de 1800 s utilizando el sistema neumático instalado en la posición A-1 del reactor a una potencia de 0,320 MW y un flujo térmico de 3·10¹¹ ncm²s⁻¹. Después de 4 días de decaimiento se miden en un detector de Ge HP de 15% de eficiencia y 1,9 keV de resolución para el pico de 1332,5 keV de ⁶⁰Co.

2.5. Calidad de los resultados

Se han irradiado materiales de referencia junto con las muestras, como aseguramiento de la calidad analítica. Los materiales: IAEA - Mineral Estándar de Uranio S-13 y NIST 1633b COAL FLY ASH se prepararon e irradian en las mismas condiciones que las muestras.

3. Resultados y Discusión

Los resultados en las muestras analizadas han sido obtenidos por espectrometría gamma del ²³⁹Np, cuyo precursor es el ²³⁹U con un período de semidesintegración muy corto, de 23,47 minutos. El isótopo ²³⁹Np, con período de semidesintegración de 2,357 días, se ha utilizado para la cuantificación. Con esa finalidad, se ha evaluado el pico en la energía de 277,6 keV de 14,20% de abundancia. Si bien la energía de 106,12 keV presenta la mayor abundancia (22%) lo que daría una mayor intensidad del pico para su evaluación, en muestras geológicas es posible encontrar ¹⁵³Sm en la energía de 103,2 keV, que puede interferir en su evaluación. De igual manera, la energía de 228,18 keV, de abundancia

10,79%, podría dar lugar a un doblete con las energías de 229,3 keV del isótopo ¹⁸²Ta. Otra interferencia en esta energía la constituye la reacción ²³⁵U (n,f) ¹³²Te. Sin embargo, la energía de 277,6 keV brinda una mejor posibilidad de evaluación con mejor estadística de medición, la cual se incrementa al utilizar un detector de mayor tamaño.

La Tabla 1 muestra los valores de concentración mínimos y máximos obtenidos en las muestras analizadas con su incertidumbre asociada al 95% de nivel de confianza, aproximadamente. Se han obtenido valores de concentración para muestras sólidas en un rango de 1, 5 µg/g a 0,19 % de uranio y para las muestras de agua de 3 a 5 µg/L, muy por debajo del límite máximo permisible de 15 µg/L, de acuerdo con la Organización Mundial de la Salud (OMS).

Tabla 1. Resultados de uranio en las muestras analizadas (µg/g) ± incertidumbre expandida, U (95% aprox.).

Muestra	Conc. Mínima	Conc. Máxima	LD
Agua* (n = 86)	3,00 ± 0,30	25,0 ± 2,0	2,0
Mineral (n = 109)	11,0 ± 1,4	1948 ± 246	2,0
Sedimento (n = 4)	6,00 ± 0,60	7,5 ± 1,0	1,0
Roca (n = 50)	1,50 ± 0,30	3,40 ± 0,60	0,5
Fosfatos (n = 41)	5,00 ± 0,20	66,0 ± 2,4	2,0

LD: Límite de detección

* : µg/L

Las figuras 1 y 2 muestran los espectros de una muestra de fosfato y de mineral, respectivamente. La concentración de uranio en la muestra de mineral es de 31, 0 ± 4,0 µg/g y en la de fosfato es de 46,0 ± 2,0 µg/g, aunque la diferencia en los contenidos de uranio no es significativa, la presencia de elementos lantánidos como el samario y lantano incrementan la incertidumbre en la estadística de medición en un 50% para el pico de 277,6 keV. En la Figura 1 es posible apreciar la interferencia entre las señales del ¹⁵³Sm y ²³⁹Np, a 103,2 keV y 106, 12 keV, respectivamente.

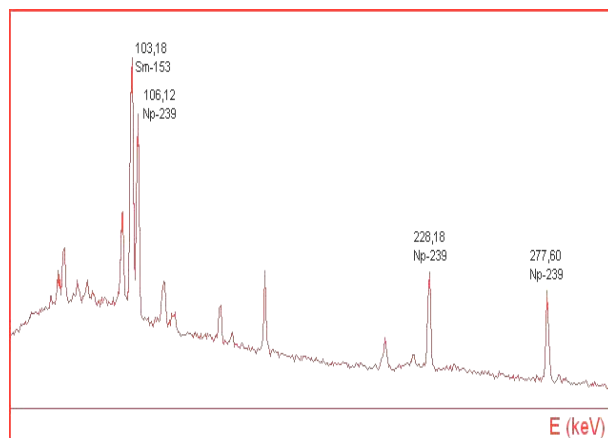


Figura 1. Espectro de una muestra de fosfato.

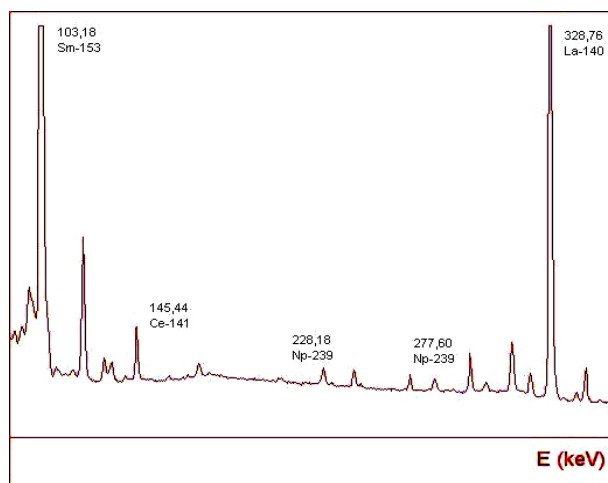


Figura 2. Espectro de una muestra de mineral.

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos en dos materiales de referencia analizados junto con las muestras, indicando muy buena concordancia con los resultados obtenidos por el laboratorio.

Tabla 2. Resultados de concentración de uranio obtenidos en los materiales de referencia (MR) en µg/g.

MR	Valor Certificado	Resultado Laboratorio
S-13 (n = 10)	331 (v.i)	332 ± 41
1633b (n = 10)	8,8 ± 1,1	7,3 ± 2,8

v.i. valor informativo

4. Conclusiones

El análisis por activación basado en el método del $k_{subcero}$ puede ser aplicado satisfactoriamente para determinar la concentración de uranio en diferentes tipos de matrices.

5. Bibliografía

[1] Lartigue J, Martinez T. Trends in nuclear education. *Journal of Radionanalytical and Nuclear Chemistry*. 2008; 276(3): 849- 855.

[2] Ministerio de Energía y Minas. Prospecto uranífero Chapi. Inventario de reservas probadas de 1989, Lima: Perú.

[3] J.D. de V. Louw. Review of U and Th analysis. Heavy Minerals Mining and Metallurgy, 2003, Johannesburg. South Africa.

[4] Bedregal P. Neutron activation analysis at the Peruvian Institute of Nuclear Energy. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2002. Lima: Perú; 2003. p. 3-7.

[5] Montoya E. Evaluation and Standardization of NAA using k_0 method at RP-10 nuclear reactor. [Tesis de Maestría]. Lima, Perú: Universidad Peruana Cayetano Heredia; 1995.

[6] De Corte F. Simonits A. Recommended nuclear data for use in the k_0 standardization of neutron activation analysis. *Atomic Data and Nuclear Data Tables*. 2003 Sep; 85(1): 47-67.

[7] Mendoza P, Ubillús M, Torres B, Montoya E, Bedregal P. Determination of trace elements in water samples by k_0 based instrumental neutron activation analysis using sodium as comparator. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe científico Tecnológico 2002. Lima: Perú; 2003. p. 8-12.

Validación del proceso de esterilización por calor seco, empleando como indicador biológico esporas de *Bacillus atrophaeus*

Roberto Koga*, Carlos Novoa

Dirección de Producción, Planta de Producción de Radioisótopos, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Para el cumplimiento de las buenas prácticas de manufactura y fabricación de productos parenterales, la norma exige la validación de los procesos de esterilización. El objetivo de este trabajo es validar el proceso de esterilización por vía seca en la estufa empleada para la esterilización de materiales que se utilizaron en la producción de radiofármacos y agentes para radiodiagnóstico, utilizando como indicador biológico cintas que contienen esporas de *Bacillus atrophaeus*. Para esta validación previamente la estufa fue calibrada. Los ensayos se realizaron con el equipo sin carga de trabajo y con la mayor cantidad de carga, teniendo como resultado que para ambos casos la esterilización fue la adecuada ya que después del proceso de esterilización no hubo crecimiento microbiano de los indicadores al ser inoculados en los medios de cultivos.

Abstract

In order to fulfill good manufacturing practice for parenteral products, the Standard requires the validation of sterilization processes. The purpose of this work is to validate the processes of sterilization by dry heat in the stove used for sterilizing of materials used in the production of radiopharmaceuticals and agents for radiodiagnostic drugs, using strips containing spores of *Bacillus atrophaeus* as biological indicator. Thus, first, the sterilization oven was calibrated and then tests were performed without load and loading the equipment with the maximum permitted load. In both cases the sterilization processes were adequate, as no microbial growth of the biological indicators in tryptic soy broth was observed.

1. Introducción

Las cepas de la especie *Bacillus subtilis* var. niger tienen muchas aplicaciones, una de ellas es el empleo de este microorganismo esporulado para la validación del proceso de esterilización por calor seco [1]. A través de estudios moleculares se reclasificó a la especie *Bacillus subtilis* basado en la producción de sus pigmentos y estudios de hibridación de su ADN, pudiéndose diferenciar tres grupos de cepas. Grupo 3 no producía pigmento en ninguno de los medios de cultivo incluyendo al tipo de cepa *B. subtilis*. Grupo 2 formaba un tipo de pigmento variante, pero seguían perteneciendo a *Bacillus subtilis* sensu stricto de acuerdo con los estudios de su ADN y con gran similitud al ADN del grupo 3. Grupo 1 producía un pigmento de color marrón negro en uno de los medios y un pigmento marrón en otro medio de cultivo, y mostraba bajos niveles de ADN hibridados en comparación a los grupos 2 y 3, describiendo

de esta forma una nueva especie *Bacillus atrophaeus* [2]. Las buenas prácticas de manufactura en la fabricación de productos parenterales, exige validar los procesos de esterilización que se utiliza para esterilizar por calor húmedo o calor seco, asegurando de esta manera la idoneidad de los materiales que han de intervenir en la fabricación de los fármacos.

La acción letal del calor seco se debe fundamentalmente al proceso de oxidación de los componentes celulares. Debido a que el calor seco es menos eficaz que el calor húmedo, se requiere una temperatura y tiempo de exposición más altos [3]. Las estufas utilizadas para el proceso de esterilización se controlan por un termostato y estos equipos deben proporcionar la circulación uniforme del aire caliente dentro de la estufa.

En el presente trabajo se describe la

* Correspondencia autor: rkoga@ipen.gob.pe

validación del proceso de esterilización por calor seco, previamente a esta validación la estufa fue calibrada conociendo de antemano los puntos más fríos en la estufa. Se empleó como indicador biológico esporas en tiras de *Bacillus atrophaeus* de $5,4 \times 10^6$ /unit. sometido a 250°C por 5 horas [5], validando el proceso de esterilización por calor seco sin carga (equipo vacío) y con carga de trabajo.

2. Materiales y Métodos

2.1 Características físicas de la estufa

El estudio se realizó por el método de batch en la estufa marca SHELL LAB modelo 1350FX con recirculado de aire, que fue calibrado previo a las pruebas.

2.2 Indicador biológico

Se utilizó un kit SGM Strip, el cual contiene esporas de *Bacillus atrophaeus* contenidas en un filtro de papel que contiene una población de $5,4 \times 10^6$ /unit. (Figura 1).

2.3 Prueba de esterilización por calor seco

Se coloca dentro de la estufa viales o tubos de ensayos que contienen las cintas con esporas de los indicadores biológicos (*Bacillus atrophaeus*), luego se tapan los envases con papel aluminio. Luego, se cierra la estufa y se programa el tiempo y temperatura para el proceso de esterilización, para nuestro caso es de 250°C por 5 horas. Para esta prueba se trabajó con el equipo sin carga (vacío) y con carga de trabajo, realizando cada ensayo por triplicado. Una vez terminado el proceso de esterilización los envases que contienen a los indicadores son trasladados al laboratorio de microbiología para el procesamiento de las muestras. Se destapan los envases que contiene a los indicadores dentro de una campana de bioseguridad, con la ayuda de una pinza estéril se retira las cintas que contiene las esporas de *Bacillus atrophaeus* y son sembradas en unos tubos de ensayos que contiene caldo tripticasa de soya a $32,5^\circ\text{C} \pm 2,5$ y se va observando los tubos por un espacio de 7 días para ver si hay crecimiento microbiano o no; al mismo tiempo, se siembra una tira con el indicador que no halla sido sometida al proceso de esterilización,

sirviendo como un control positivo de la prueba.

3. Resultados

3.1 Estudio realizado sin carga de trabajo

Para este ensayo se utilizó 25 indicadores que estuvieron contenidos dentro de viales limpios transparentes rotulados y distribuidos dentro de la estufa (Figura 2), se cierra la estufa y se realiza el proceso de esterilización (250°C por 5 horas) estas pruebas se hacen por triplicado. En ninguno de los indicadores utilizados para este ensayo hubo crecimiento microbiano durante los 7 días que duró el estudio (Tabla 1).

3.2 Estudio realizado con carga de trabajo

En este ensayo se utilizó como modelo la esterilización de viales utilizados en la producción de radiofármacos y agentes para radiodiagnóstico (Figura 4). Para este caso, dentro de la estufa se coloca una caja de acero inoxidable el cual contiene a los viales. Habiendo una mayor dificultad en la transferencia del calor hacia los materiales a esterilizar (peor caso). Dentro de la caja de acero inoxidable se distribuyó de manera homogénea los indicadores biológicos que estaban contenidas dentro de viales limpios y transparentes, al realizar los ensayos respectivos dio como resultado que en ninguno de los casos hubo crecimiento microbiano durante los 7 días que duro el estudio por cada prueba (Tabla 2).

4. Conclusiones

Después de haber finalizado con las pruebas del proceso de esterilización por calor seco, proceso que esta basado en la circulación de aire caliente en el interior de la estufa SHELL LAB modelo 1350FX, a una temperatura de 250°C por 5 horas, se pudo comprobar que el mecanismo de transferencia de calor es el adecuado hacia los materiales en la destrucción de los microorganismos. De esta manera se determina que el proceso de esterilización por vía seca queda validado, garantizándonos de esta manera que el equipo cumple con el parámetro adecuado de trabajo para el proceso de esterilización.

Tabla 1. Resultados de los ensayos de esterilización por calor seco sin carga de trabajo (equipo vacío).

	Medio cultivo	Temperatura (°C)	Crecimiento microbiano en días							
			1	2	3	4	5	6	7	
*Primer ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	-	-	-	-	-	-	-	-
*Segundo ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	+	+	+	+	+	+	+	+
*Tercer ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	-	-	-	-	-	-	-	-
			+	+	+	+	+	+	+	+

* Cada ensayo se utilizó 25 indicadores
 Medio CTS: Caldo Triptocasa de Soya.
 +: Crecimiento microbiano.
 -: Sin crecimiento microbiano

Tabla 2. Resultados de los ensayos de esterilización por calor seco con mayor carga de trabajo.

	Medio cultivo	Temperatura (°C)	Crecimiento microbiano en días							
			1	2	3	4	5	6	7	
*Primer ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	-	-	-	-	-	-	-	-
*Segundo ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	+	+	+	+	+	+	+	+
*Tercer ensayo Control Positivo	Caldo TCS	32,5 ± 2,5	-	-	-	-	-	-	-	-
			+	+	+	+	+	+	+	+

* Cada ensayo se utilizó 25 indicadores
 Medio CTS: Caldo Triptocasa de Soya.
 +: Crecimiento microbiano.
 -: Sin crecimiento microbiano



Figura 1. Indicador biológico, cinta que contiene a las esporas del *Bacillus atrophaeus*.



Figura 4. Disposición de la bandeja dentro de la caja de acero inoxidable para su esterilización.



Figura 2. Disposición de los indicadores biológicos dentro de la estufa sin carga de trabajo.

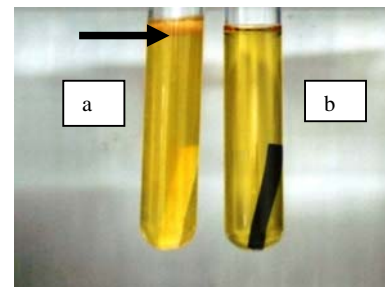


Figura 5. Indicadores biológicos que fueron sometidos al proceso de esterilización e incubados en caldo tripticasa de soya por 7 días, no se observa crecimiento microbiano: **a)** Con crecimiento microbiano. **b)** Sin crecimiento microbiano.

5. Bibliografía

- [1] USP-30-NF 25. Farmacopea de los Estados Unidos de América. Formulario nacional. 2da. Edición. Esterilización por calor seco. (2007) 1:738.
- [2] Fritze D, Pukall R. Reclassification of bioindicator strains bacillus subtilis DMS 675 and Bacillus subtilis DMS 2277 as Bacillus atrophaeus. International Journal of Systematic and evolutionary Microbiology. 2001; 51:35-37.
- [3] Iturralde J P. Fabricación de productos estériles (y II). Esterilización y esterilidad. Industria Farmacéutica. 1999 marzo/abril. p. 59-69.
- [4] García J, García V. Técnicas de descontaminación: Limpieza desinfección esterilización. 1ra. ed. Madrid: Editorial Paraninfo; 2003.
- [5] Perdomo R, Montero V. Validación de un ciclo de despirogenización por calor seco con el empleo del ensayo del lisado de amebocitos de limulus. Rev. Cubana Farm. 2003;37(3). Disponible en: http://www.bvs.sld.cu/revistas/far/vol37_3_03/far01303.htm
- [6] Gilis J. Development of biological indicator for ClorDiSys Solutions, Inc. Chlorine Dioxide Sterilizer. SGM Biotech, INC Report 031206R. October 28, 2004.

Estimación de la sensibilidad en detección de boro mediante análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos

Marco Munive*, Javier Gago

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección Investigación y Desarrollo Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El presente trabajo detalla el grado de sensibilidad en la detección del isótopo ^{10}B mediante el Análisis por Activación Neutrónica de Gammas Inmediatos (PGNAA), para muestras líquidas y establece la dependencia de la sensibilidad de la técnica con el flujo de neutrones. Los resultados obtenidos dan una sensibilidad de hasta 85,5 cps/g para ^{10}B con un límite de detección estimado de 5,5 ppm. Asimismo, se presenta la metodología para determinar la sensibilidad de detección para otros elementos de interés.

Abstract

This work details the degree of sensitivity in the detection of isotope ^{10}B by means of prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA) for liquid samples. It also establishes the dependence of the technique sensitivity with the neutron flux. The results obtained give a sensitivity of up to 85,5 cps/g for ^{10}B with an estimated limit of detection of 5,5 ppm. Likewise, a methodology to determine sensitivity of detection for other elements of interest is presented.

1. Introducción

El análisis de activación neutrónica por gammas inmediatos (PGNAA) se basa en la captura neutrónica y la excitación del núcleo. La desexcitación del núcleo se realiza por la emisión de una radiación electromagnética (n, γ), el cual puede tener períodos de emisión del orden de 10^{-13} s, por ello su denominación como gammas inmediatos. Con estos períodos de vida medias tan cortos, se puede asumir que no se produce residuo radiactivo.

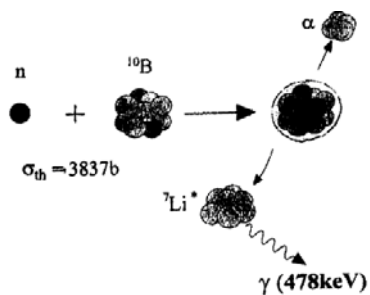


Figura 1. Proceso de interacción neutrónica y producción de gammas para ^{10}B .

Los fotones gammas inmediatos poseen energías típicas para cada elemento; por ejemplo, en el caso del ^1H se emiten fotones característicos (Tabla 1) [1] de 2,22 MeV y

0,478 MeV para ^{10}B (Figura 1). La intensidad de los picos en el espectro gamma nos da una estimación de la concentración del elemento en la muestra irradiada.

La fuente de neutrones usada en esta experiencia proviene del reactor RP-10 del Centro Nuclear RACSO.

La medida o detección de los fotones instantáneos se realiza en forma simultánea con la irradiación. Ello implica que se debe de tener un apropiado blindaje para campos mixtos sobre el detector, con la finalidad de evitar el deterioro y daño físico del mismo.

Tabla 1. Secciones eficaces de captura y energía de rayos gamma inmediatos.

	E_γ (keV)	$\sigma_\gamma(E_\gamma)$ (b)		E_γ (keV)	$\sigma_\gamma(E_\gamma)$ (b)
H	2223	0,3326	B	478	3837
Cd	558,6	1860	O	6322	0,0145

El presente trabajo pretende determinar la relación de fotones gamma inmediatos correspondientes a un elemento, en función de la concentración del mismo en una muestra, por lo cual se colectó espectros para

* Correspondencia autor: mmunive@ipen.gob.pe

muestras con diferentes concentraciones del elemento en interés. Para el caso del boro se logró trabajar a dos potencias térmicas del reactor.

2. Materiales y método

La técnica PGNA se está implementando en el conducto de irradiación externa N° 5 del reactor nuclear RP-10. La medida de concentración de boro se realizó a dos potencias térmicas del reactor: 8 MW y 10 MW, teniendo para esta última potencia un flujo de neutrones de $5,10 \times 10^6 \text{ n.cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, en la posición de la muestra.

Como se detalla en [4], la colimación externa se realizó con un colimador de aluminio revestido de LiF. Al igual que la zona del portamuestra, el blindaje del detector posee dos etapas de blindaje contra neutrones que están elaboradas con polietileno litiado de 2,5 cm y un vidrio de LiF de 1,5 cm de espesor.

La cadena de medición de fotones gamma consta de un detector semiconductor de GeHP, marca Ortec modelo GMX tipo POP TOP, con una eficiencia de 35% de detección y una cadena de espectrometría (HV; amplificador, ADC, etc.) y un multicanal modelo S100. El detector de GeHP posee una geometría de detección vertical y la distancia entre la muestra y el detector es de 52 cm siendo el orificio de apertura a los fotones de 0,5 cm.

Las muestras para determinar la sensibilidad de detección para boro y cadmio fueron BN diluido en agua, siendo la masa de agua usada de 23 g. La solución es contenida por un recipiente de polietileno.

Para la estimación de la sensibilidad de detección por elemento se debe tener en cuenta la siguiente relación [2]:

$$W_i = \frac{A_i}{t \cdot S_i \cdot m} \quad (1)$$

Donde W_i es fracción en peso del elemento i , S_i sensibilidad (cuentas/s.g), A_i área bajo pico gamma inmediato (cuentas), t tiempo de conteo y m masa de la muestra.

Las soluciones preparadas de BN, poseen rangos de concentración de 5,5 ppm a 350 ppm para ^{10}B (Tabla 2). El boro se inserta en

una matriz de agua, de esta manera se asegura que la señal gamma correspondiente al hidrógeno (2,22 MeV) se mantenga casi constante para la muestra y la referencia, la fluctuación de esta señal o pico está directamente relacionado con la variación del flujo neutrónico incidente en la muestra.

Tabla 2. Masa de BN diluido en 23 g de agua, área de la región de boro y de hidrógeno, a una potencia de 10 MW y tiempo de colección de 1600 s.

masa BN (g)	ppm ^{10}B	ROI B (cuentas)	ROI H (cuentas)	Relación B/H $\pm 0,008$
0	0,0	83901 \pm 289	41372 \pm 203	2,027
1,4	5,5	88150 \pm 297	41592 \pm 204	2,119
3,2	12,8	91164 \pm 302	42330 \pm 206	2,154
3,9	15,2	93271 \pm 305	43888 \pm 209	2,125
4,4	17,8	94008 \pm 307	42447 \pm 206	2,215
6,3	24,5	91270 \pm 302	42313 \pm 206	2,157
8,4	34,6	94341 \pm 307	43086 \pm 208	2,190
14,1	55,1	91071 \pm 302	39521 \pm 199	2,304
14,2	57,5	94564 \pm 308	42643 \pm 207	2,218
25,9	109,1	94251 \pm 307	41090 \pm 203	2,294
33,9	132,0	98711 \pm 314	42351 \pm 206	2,331
44,5	175,0	98011 \pm 313	42548 \pm 206	2,304
100	390,0	102368 \pm 320	41370 \pm 203	2,474

Suponiendo, que la masa del elemento en la muestra esta relacionada con la señal gamma de la energía correspondiente, se cumple que:

$$\begin{aligned} m_{NB} &= c \cdot m_{10B} = a \cdot A_{10B} \\ m_{H_{H_2O}} &= b \cdot A_H \quad (2) \\ m_{total} &= m_{NB} + m_{H_2O} \end{aligned}$$

Donde m_{NB} , m_{H_2O} , m_{total} , m_{10B} son las masas de nitrógeno de boro, agua y total respectivamente, y A_{10B} , A_H son áreas bajo los picos gamma de ^{10}B e ^1H y a , b son factores de proporcionalidad.

Podemos establecer una relación donde la masa de ^{10}B está relacionada con la señal A_{10B}/A_H y también lo está con el flujo de neutrones.

$$\frac{A_{10B}}{A_H} = \frac{c \cdot m_{10B}}{A_H \cdot a} = \frac{b}{a} \quad (3)$$

Si A_H es constante la relación A_{10B}/A_H será directamente proporcional a la masa de ^{10}B .

3. Resultados y comentarios

Para lograr la relación expresada en las ecuaciones (2) y (3) sobre cada espectro se registraron regiones de interés (ROI) para los picos correspondientes de boro e hidrógeno (Figura 2).

Para las muestras que contiene boro se observa que la relación es lineal para las dos potencias térmicas empleadas (Figura 3). Con ajuste lineal $Y=A*X + B$ ($X= m^{10}_B$, $Y = A^{10}_B / A_H$).

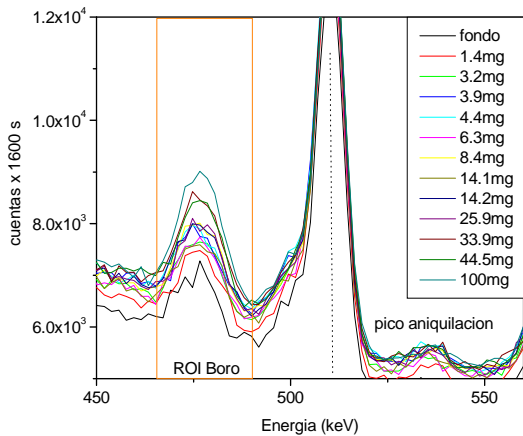


Figura 2. Espectro de gammas inmediatos de varias masas de BN diluido en agua.

Comparando estos resultados con los valores de proporcionalidad de la ecuación (3), se observa que $B = b/a$ es independiente del flujo de neutrones, ya que ambos valores se aproximan en un 9,8%. En el caso de $A = c/(a.A_H)$, se observa que este valor es dependiente del flujo de neutrones, así como de la potencia térmica de operación del reactor. La relación entre ambas potencias térmicas es de 1,25 y la relación entre los valores de A es de 1,2 (Tabla 3). Con estos valores con concordancia dentro de 2,4%, se puede inferir que la sensibilidad de la detección está relacionada con el flujo de neutrones o con la señal del pico de hidrógeno, por esta razón la matriz de la muestra debe contener un volumen conocido de agua.

Tabla 3. Resultados del ajuste lineal Figura 3.

Potencia	R2	A x10 -4	B
10 MW	0,9401	7,057 0,322	2,387 0,015
8 MW	0,9672	5,280 0,214	2,153 0,022

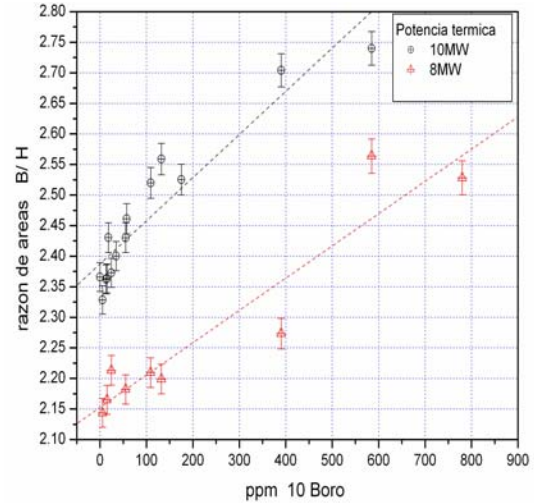


Figura 3. Razón de áreas o ROIs B/H en función de ppm de ^{10}B para dos potencias térmicas de operación de reactor.

Para estimar la sensibilidad se usa la expresión (3), observando un valor de 85,56 cps/g, para una concentración de 5,5 ppm de ^{10}B en muestras líquidas, la sensibilidad obtenida es pequeña si la comparamos con 10^3 cps/g que registra la facilidad del Budapest Neutron Centre BNC [5]. Esto se debe al flujo de neutrones térmicos en la posición de la muestra, que es de un orden de magnitud superior al que se encuentra en nuestro instrumento, pero la sensibilidad es comparable con las reportadas en las referencias [2,3,6].

En el caso que el flujo de neutrones térmicos no varíe durante el tiempo de irradiación, la colección del espectro no verá afectada la sensibilidad en la toma de datos, pero lamentablemente esta condición no se da por que la producción de neutrones por fusión del Uranio no es constante y fluctúa con el tiempo y con este evento también fluctuaría el flujo. Por ello se debe de tener un medio para medir la fluctuación neutrónica. Una herramienta es la lectura de corriente del detector de marcha del reactor, y otra más cercana a la facilidad experimental es el área del pico del fotón gamma correspondiente a la masa de hidrógeno en la muestra, situación que en nuestra experiencia es constante. Esta señal presenta una fluctuación de menos del 2,5 % en cerca de seis horas de toma de espectros (Figura 4).

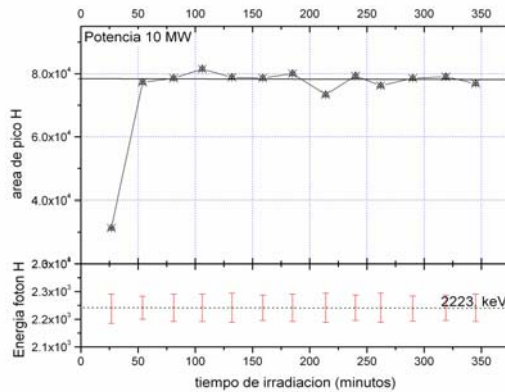


Figura 4. Variación de cuentas en función del tiempo de irradiación.

El área estimada para la región de boro posee mejor estadística de detección con el tiempo de irradiación (Figura 5). El error en el cálculo del área de la región de interés para el boro es cercano a 3,76% (tiempo de medición 8600 s) para una muestra de 5,5 ppm de ^{10}B .

La tasa de cuentas y la sensibilidad de detección se podrían mejorar con el aumento de flujo de neutrones en la posición de muestra. Por ello, se deberá reducir o extraer el filtro de zafiro que esta colocado en el conducto interior de la facilidad [4].

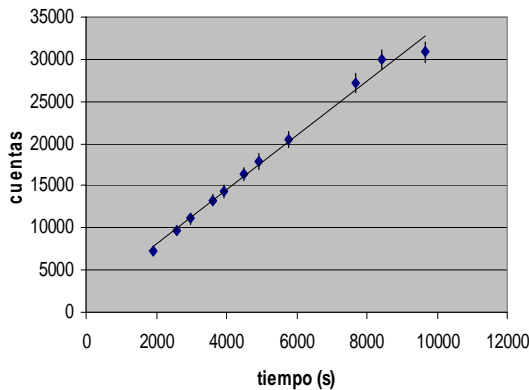


Figura 5. Cuentas de la de la región ROI Boro en función del tiempo de irradiación.

Los valores de tasa de dosis de campos mixtos en la posición de operador son de 2 $\mu\text{Sv/h}$ y 47 $\mu\text{Sv/h}$ para fotones gamma y neutrones, respectivamente. Lo cual solo nos permite permanecer en sala no más de 10 minutos por hora de trabajo experimental, para no exceder el límite de dosis para personal ocupacionalmente expuesto (7,5 $\mu\text{Sv/h}$).

4. Conclusiones

- Se ha logrado detectar ^{10}B en una matriz líquida con una sensibilidad de 85,5 cps/g y con un límite de detección de 5,5 ppm. El valor de sensibilidad esta por debajo de otras facilidades, esto se debe específicamente por el flujo de neutrones térmicos con que se cuenta.
- Como se detalla en [4], la facilidad posee un filtro de zafiro que deberá ser reducido en su espesor o extraído para aumentar el flujo de neutrones térmicos.

5. Referencias

- [1]. IAEA. Database of prompt gamma rays from slow neutron capture for elemental analysis. Vienna: Austria; 2007.
- [2]. Ordenes D, Silva A, Pereda C, Henríquez C. PGNAA facility optimization in the RECH-1. Nucleotecnica. 2005 Dec; 24(38):51-64.
- [3]. M. Ovalle, G. Navarro, C. Henríquez, C. Pereda, J. Klein. Nuevas aplicaciones de análisis por activación de radiación gamma instantánea (PGNAA). En: Comisión Chilena de Energía Nuclear. Revista electrónica Ciencia Abierta. [serie en Internet]. Disponible en: URL: <http://cabierta.uchile.cl/revista/>.
- [4]. Munive M, Solís J, Gago J. Instalación de la facilidad de análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2007. Lima: Perú; 2008. p. 141-144.
- [5]. Budapest Neutron Centre. [serie en Internet]. Disponible en: URL: <http://www.bnc.hu>
- [6]. Hamed A, Hassan A. Emission of boron in some local material by prompt gamma ray neutron activation analysis technique. Proceedings of the 2nd Environmental Physics Conference. Egypt; 2006. p. 125-131.

Producción de ^{177}Lu de alta actividad específica a partir de ^{176}Yb : Estudio preliminar

Eleazar Aliaga*, Jesús Miranda, María Benites, Bertha Ramos

Planta de Producción de Radioisótopos, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima, Perú

Resumen

Se presenta un método para la obtención de ^{177}Lu a partir de un blanco de Yb enriquecido al 96% en el isótopo 176. La separación del ^{177}Lu del Yb se realiza empleando una columna de resina LN2 como adsorbente y HCl 1,0 M o 1,5 M como eluyente. El grado de purificación es monitoreado por espectrometría gamma multicanal mediante la relación de actividades en los picos a 208 KeV (^{177}Lu) y 396 KeV (^{175}Yb). Cuando se eluye con HCl 1 M es posible obtener ^{177}Lu sin presencia de ^{175}Yb evidenciable mediante espectrometría gamma en un solo proceso de purificación. El pH del eluyente es crucial para la separación del ^{177}Lu .

Abstract

A method for obtaining ^{177}Lu from a target of Yb 96% enriched in the isotope 176 is presented. ^{177}Lu is separated from Yb by a column of LN2 resin as adsorbent and 1.0 or 1.5 M HCl as eluent. The degree of purification is monitored by multichannel gamma spectrometry measuring the activities at the 208 keV peak (^{177}Lu) and at the 396 keV peak (^{175}Yb). When the column was eluted with 1 M HCl it would be possible to obtain ^{177}Lu in a single purification process without any presence of ^{175}Yb demonstrated by multichannel gamma spectrometry.

1. Introducción

La terapia con radionúclidos (RNT) empleando radiofármacos marcados con radioisótopos emisores β^- es un campo emergente de la medicina nuclear. Su aplicación incluye el tratamiento paliativo del dolor óseo, mejorando significativamente la calidad de vida de los pacientes, y el tratamiento de tumores primarios y de sus metástasis mediante el empleo de moléculas portadoras específicas marcadas con radionúclidos. Con la finalidad de asegurar el éxito del tratamiento es esencial seleccionar cuidadosamente el radionúclido y la molécula portadora, que en conjunto deben poseer propiedades farmacológicas adecuadas y eficacia terapéutica. Los criterios técnicos para la selección del radionúclido a emplear en terapia son decaimiento, energía de la emisión beta y química adecuada; sin embargo, también deben tenerse en cuenta las consideraciones prácticas como disponibilidad con una alta pureza radionucleídica, alta actividad específica, bajos costos de producción y buena logística de abastecimiento.

El ^{177}Lu es un claro candidato para su uso en radioterapia dirigida debido a las propiedades favorables de su vida media, energía beta, emisión gamma y química adecuada para combinarse a una serie de moléculas portadoras.

El ^{177}Lu decae con una vida media física de 6,71 días mediante la emisión de partículas β^- con una E_{max} de 497 keV (78,6%), 384 keV (9,1%) y 176 keV (12,2%). Emite fotones γ de 113 keV (6,4%) y 208 keV (11%) que son ideales para la obtención de imágenes, lo cual permite la localización *in vivo* del tumor y los cálculos de dosimetría. La vida media física del ^{177}Lu , comparable al ^{131}I , favorece la logística para la producción, el control de calidad y el suministro del producto a lugares distantes.

El ^{177}Lu puede producirse por dos vías. En la vía directa se irradia ^{176}Lu para obtener ^{177}Lu por reacción (n, γ) [1-4], la actividad específica del ^{177}Lu obtenido dependerá de la densidad del flujo neutrónico térmico, del

* Correspondencia autor: ealiaga@ipen.gob.pe

tiempo de irradiación y del grado de enriquecimiento del blanco. En la vía indirecta se irradia ^{176}Yb obteniéndose ^{177}Lu libre de portador ideal para la marcación de proteínas y péptidos[5-10]; sin embargo, la actividad total obtenida es baja debido a la baja sección eficaz del ^{176}Yb y a la necesidad de un proceso post producción para separar el yterbio del lutecio, haciendo necesario irradiar una mayor masa de ^{176}Yb y por mayor tiempo.

En reactores de bajo y mediano flujo de neutrones no es posible obtener ^{177}Lu por la vía directa con la actividad específica requerida para la marcación de biomoléculas, por lo que la vía indirecta resulta una alternativa. Un inconveniente en la separación de Lu de Yb es la similitud química de estos dos lantánidos y más aun el hecho que el Yb se encuentra en macrocantidades con respecto al Lu. Se han desarrollado diversas técnicas para separar el Lu del Yb como la cromatografía por intercambio iónico empleando ácido α -hidroxibutírico o EDTA como eluyente[9], extracción con solventes[10], cromatografía por extracción[6,7], HPLC[8,10], entre otras. Todas estas técnicas tienen sus bondades y sus limitaciones, siendo la cromatografía por extracción la que combina la especificidad de la extracción por solventes y la simplicidad de la extracción por columna. Le Van So[7] emplea el ácido di-(2-etilhexil)ortofosfórico como adsorbente y grandes volúmenes de HCl para eluir el Lu. Horwitz[6] sin embargo, emplea el ácido 2-etilhexil 2-etilhexilfosfónico (resina LN2) que requiere de ácido de menor molaridad para eluir el Lu y realiza la elusión a 50 °C y con sobrepresión.

En el presente trabajo se pretende obtener ^{177}Lu de alta actividad específica a partir de un blanco de ^{176}Yb empleando el método de Horwitz con ciertas modificaciones, a temperatura ambiente, sin sobrepresión y ajustando la molaridad del HCl para disminuir el número de procesos.

2. Experimental

Materiales: Óxido de yterbio enriquecido al 96% en el isótopo 176 (Trace Science Internacional); Resina LN2 grado F (Eichrom

industries); ácido clorhídrico ultrapuro (Merck).

Irradiación: Se colocó de 2 a 10 mg de óxido de yterbio en una cápsula de cuarzo, luego se adicionó 1 mL de HCl 4N y se calentó en una plancha térmica hasta total disolución. Se continuó el calentamiento hasta sequedad, se tapa la cápsula de cuarzo, se coloca dentro de una cápsula de aluminio y se envía al reactor para su irradiación durante tres semanas, a razón de 6 horas por semana.

Purificación: La metodología para separar el Lu del Yb está basada en el trabajo de Horwitz y colaboradores [6]. Se deja remojando 1 g de resina LN2 en HCl 0,1N por 16 h, luego se empaca la columna (8,9 x 0,6 cm). El yterbio irradiado es disuelto en HCl 0,5 N, luego se ajusta la normalidad del ácido a 0,1N y se adiciona a la columna, se agrega 1,5 mL de HCl 0,1N y luego se eluye con HCl 1 o 1,5N a un flujo de 0,1 mL/min. Las fracciones que contienen Yb son identificadas por la emisión del fotón gamma de 396 KeV del ^{175}Yb , mientras que las fracciones conteniendo ^{177}Lu se identifican por la emisión del fotón gamma de 208 KeV. Cuando se realizó un segundo proceso de purificación se ajustó previamente la molaridad de la solución clorhídrica a 0,1 N con hidróxido de sodio antes de pasarla por la segunda columna de resina LN2.

3. Resultados y Discusión

La Tabla 1 muestra las actividades de ^{175}Yb y de ^{177}Lu obtenidos. Para la marcación de péptidos y proteínas se requiere disponer de ^{177}Lu con una actividad específica mayor a 20 Ci/mg y la que se ha obtenido previo a la purificación es 0,0002 a 0,0009 Ci/mg de lantánido, esto debido a la cantidad de Yb que se emplea como blanco.

Tabla 1. Actividades obtenidas.

mg blanco (como óxido)	2,0-2,3	11,8-12
mCi ^{175}Yb	1,5-2,1	2,8-5,7
mCi ^{177}Lu	1,5-1,8	2,4-4,9
Act. Esp. Ci $^{177}\text{Lu/g}$ Yb	0,8-0,9	0,2-0,4

La Tabla 2 y las Figuras 1 y 2 muestran los resultados de la purificación. Cuando se eluye la columna con HCl 1M se requiere mayor volumen para extraer el ^{177}Lu , pero de esta forma es posible obtener ^{177}Lu libre de yterbio en un solo proceso de purificación. Es

necesario contar con un sistema automático para la colección del eluido y para cambiar el eluyente a HCl 4M cuando se empieza a obtener ¹⁷⁷Lu libre de portador para obtener así el ¹⁷⁷Lu en menor volumen.

Tabla 2. Purificación en columna LN2.

HCl	mCi ¹⁷⁷ Lu		Rend %	¹⁷⁷ Lu en fracc select		
	inic	eluido		Act. mCi	Rend. %	AE Ci/mg
1,5	0,99	0,46	45.57	0,44	44.04	0.06
1,5	1,45	0,76	52.27	0,43	29.61	0.54
1,0	1,63	0,87	48.17	0,41	25.16	nca
1,0	4,93	3,76	76.3	2,23	45.24	nca
1,0	2,16	2,29	105.6	1,79	82.64	nca

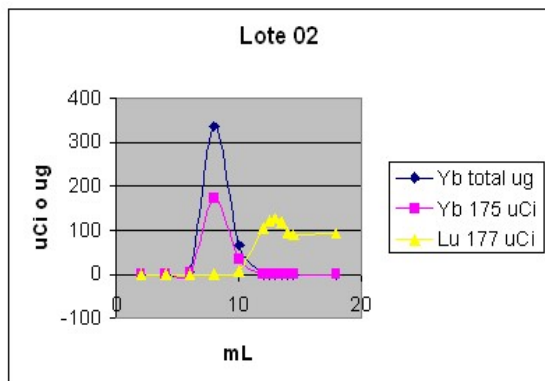
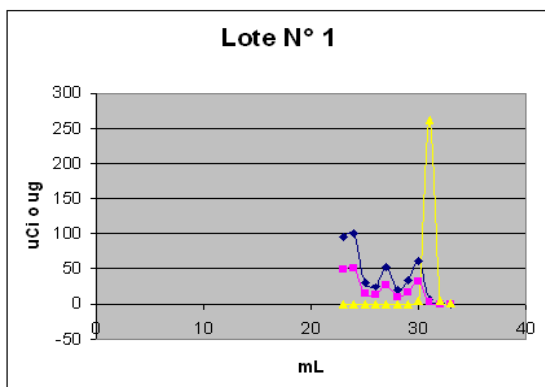


Figura 1. Lotes 1 y 2: Elución con HCl 1,5 M. Masa de Yb₂O₃: 2 mg.

Al primer lote se le realizó un segundo proceso de purificación empleando 0,5 g de resina. Se pudo elevar la actividad específica de 0,06 a 4,77 Ci/mg de Yb, los resultados son mostrados en la Tabla 3.

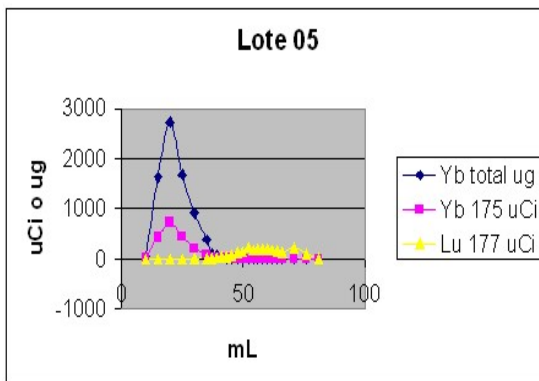
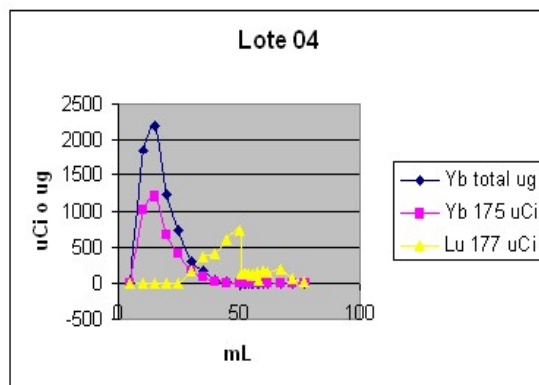
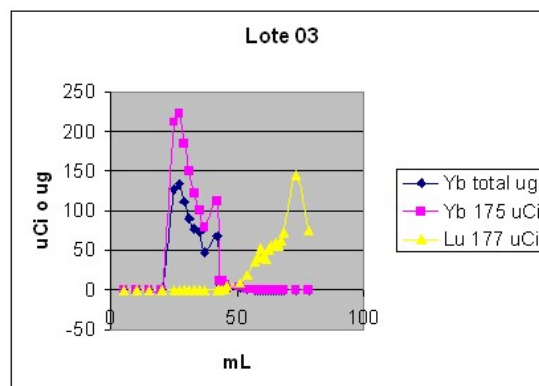


Figura 2. Elución con HCl 1 M. Masa de Yb₂O₃: 2 mg (lote 3) y 12 mg (lotes 4 y 5).

Se afinará el método para obtener los rendimientos más altos. La cantidad de Yb en la fracción final ha sido estimada midiendo la cantidad de ¹⁷⁵Yb presente, esto será corroborado mediante análisis por activación neutrónica.

Tabla 3. Doble proceso de purificación.

1ª Purificación			2ª Purificación		
¹⁷⁷ Lu en fracc selecc.			¹⁷⁷ Lu eluído		
Acti. μ Ci	Rec. %	Act esp. Ci/mg Yb	Activ. μ Ci	Rec. %	Act esp. Ci/mg Yb
440.3	44.04	0.06	477.7	47.78	4.77

4. Conclusiones

Se ha podido separar el ¹⁷⁷Lu del Yb empleando resina LN2 como adsorbente y HCl como eluyente. Cuando se emplea HCl 1,5 M como eluyente es posible elevar la actividad específica del ¹⁷⁷Lu de 0,0008 Ci/mg de Yb a 0,06-0,54 en un solo proceso de purificación y hasta 4,77 en un segundo proceso. Si se baja la molaridad del HCl a 1M, es posible obtener ¹⁷⁷Lu libre de portador en un solo proceso de purificación con un rendimiento del 25 al 82%.

5. Agradecimientos

Los Autores agradecen la colaboración del Organismo Internacional de Energía Atómica para la realización del presente trabajo y al personal de reactor RP-10 del IPEN por las facilidades brindadas para la irradiación de los blancos de Yb.

6. Bibliografía

- [1] Pillai MRA, *et al.* Production logistics of ¹⁷⁷Lu for radionuclide therapy. Applied Radiation and Isotopes. 2003; 59:109-118.
- [2] Knapp FF, *et al.* Direct production of Instituto Peruano de Energía Nuclear, ¹⁷⁷Lu from enriched ¹⁷⁶Lu in a high flux reactor for routine clinical use. Abstract book, 5th ICI, Brusels, Belgium 2005.
- [3] Mikolajczak R, *et al.* Reactor produced ¹⁷⁷Lu of specific activity and purity suitable

for medical applications. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2003 Jul; 257(1):53-57.

[4] Mikolajczak R, *et al.* Reactor produced ¹⁷⁷Lu of specific activity and purity suitable for medical applications. Nir-El Y. Production of ¹⁷⁷Lu by neutron activation of ¹⁷⁶Lu. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2004; 262(3):563-567.

[5] Nikolai A, *et al.* Radiochemical separation of no-carrier-added ¹⁷⁷Lu as produced via the ¹⁷⁶Yb.n,g.¹⁷⁷Yb β ¹⁷⁷Lu process. Applied Radiation and Isotopes. 2000; 53:421-425.

[6] Horwitz E P, *et al.* A Process for the separation of ¹⁷⁷Lu from neutron irradiated ¹⁷⁶Yb targets. Applied Radiation and Isotopes. 2005 Jul; 63(1):23-36.

[7] Le Van So, *et al.* Alternative chromatographic processes for no-carrier added ¹⁷⁷Lu radioisotope separation. Part I. Multi-column chromatographic process for clinically applicable. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2008 Sep; 277(3):663-673.

[8] Hashimoto K, *et al.* Production of no-carrier-added ¹⁷⁷Lu via the ¹⁷⁶Yb(n, γ)¹⁷⁷Yb o ¹⁷⁷Lu process. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2003; 255(3):575-579.

[9] Balasubramanian PS, *et al.* Separation of carrier-free lutetium-177 from neutron irradiated natural ytterbium target. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 1994; 185(2):305-310.

[10] Horwitz E P, *et al.* Radiochemical and isotope separations by high-efficiency liquid-liquid chromatography. Journal of Chromatography A. 1976, 125(1):203-218.

Determinación de uranio mediante radiometría gamma. Primera parte: Evaluación metodológica

Pablo Mendoza*, Patricia Bedregal, Blanca Torres, Marco Ubillús, Eduardo Montoya

Departamento de Química, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se ha implementado un método instrumental para determinar U mediante la técnica de radiometría gamma empleando el pico gamma de 351,9 keV del ^{214}Pb . Se obtiene una curva de calibración lineal ponderada con un coeficiente de correlación $r = 0,9992$ para un rango de concentración de 0 mg/kg a 3180 mg/kg con un límite de detección de 0,8 mg/kg para una masa de muestra de 20 g y tiempo de conteo de 10000 s.

Abstract

An instrumental gamma radiometry method for the quantitative determination of U using gamma peak at 351,9 keV of the ^{214}Pb has been implemented. A linear calibration curve, with a correlation coefficient of $r = 0,9992$, has been obtained, for a working range from 0 mg/kg to 3180 mg/kg of U. The observed detection limit is 0.8 mg/kg for a sample of 20 g, using a counting time of 10000 seconds.

1. Introducción

La energía nuclear como propuesta energética se ha revitalizado en los últimos años y por ende la importancia del uranio como materia prima, generando el incremento tanto de su actividad minera como del impacto ambiental correspondiente. Si bien el uranio se puede evaluar mediante técnicas convencionales como el ICP-MS o técnicas nucleares como INAA y DNAA, la disponibilidad de detectores intrínsecos de Germanio de alta eficiencia, asociados a sistemas de conteo de bajo fondo permite la adecuada aplicación de la técnica de radiometría gamma, basada en la medición de líneas gamma características de los radioisótopos naturales, secuenciados por sus series radiactivas respectivas bajo equilibrio secular.

La presencia de esta radiación establece la principal diferencia entre la minería de Uranio y otras minerías metálicas siendo su presencia a la vez perjudicial y beneficiosa; perjudicial por el riesgo radiológico, y beneficiosa porque permite distinguir de forma clara entre el mineral y los estériles. Esto es importante dado que el uranio se encuentra en muchos yacimientos en concentraciones muy bajas (1000 mg/kg como máximo), lo cual hace necesario llevar las explotaciones de manera muy selectiva,

evitando las diluciones de material estéril con el mineral.

El componente radiactivo en los minerales de uranio procede de los radio-nucleidos de las series del ^{238}U , ^{235}U (actinio), ^{232}Th y ^{40}K cuyas concentraciones exhiben variaciones de acuerdo con la geología y particularidades locales del subsuelo.

Las series radioactivas más utilizadas son las del Torio y del Uranio, mientras que la serie del Actinio se emplea muy poco debido a que el ^{235}U se presenta en la naturaleza mucho más escaso que el ^{238}U .

El propósito del presente trabajo, en una primera etapa, es establecer la relación cuantitativa, mediante curva de calibración por regresión lineal en un rango de trabajo desde los 0 mg/kg hasta 3500 mg/kg de U para cuyo efecto se evalúan los picos gamma de energía plena óptimos para su determinación, así como los factores de corrección de fondo, autoabsorción gamma, coincidencia verdadera γ - γ e interferencias espectrales.

2. Experimental

Todas las mediciones fueron realizadas usando un detector p-GeHP Canberra con una eficiencia relativa de 70 %, y una resolución de 1,05 keV y 1,9 keV a 122 keV

* Correspondencia autor: pmendoza@ipen.gob.pe

y 1332,5 keV del ^{60}Co , respectivamente y una relación pico Compton de 70. El detector está conectado a un analizador digital Canberra DSA 2000 con una señal de conformación trapezoidal.

El detector se encuentra acoplado internamente a un sistema intercambiador automático de muestras, Tema Sinergie modelo SC 100/20, con un blindaje de Pb de 100 mm de espesor forrado con una lámina de Cu electrolítico y otra de Cd de 1 mm a una distancia de 90 mm del detector. El programa de adquisición y tratamiento espectral utilizado es el Genie 2K versión 2.0 (Canberra).

Los estándares de U empleados con una masa conocida de 20 g (Tabla 1) se colocan en envases de plástico de 26 mm de diámetro y 55 mm de altura, los cuales son fijados en un portamuestra de acrílico dentro de un envase tipo Marinelli a una distancia al detector de 5 mm.

Tabla 1. Estándares de U utilizados en la generación de curva de calibración.

Código	Referencia	[U] (mg/kg)	Matriz
1	F1(IAEA)	2,52	Feldespato
2	S-14(IAEA)	29	Mineral Th
3	S-15(IAEA)	85	Mineral Th
4	OKA2(canmet)	218,6	Briholita
5	S-13(IAEA)	330,7	Pechblenda
6	S-17(IAEA)	370	Fosfato
7	RGU-1(IAEA)	400	Mineral U
8	BL-4a(canmet)	1248	Mineral U
9	S-19(IAEA)	2280	Fosfato
10	S-2(IAEA)	2654	Torbenita
11	s-4(IAEA)	3180	Uraninita
12	S-3 (IAEA)	3545	Carnotita

2.1 Selección del radio-nucleidos y pico de energía gamma óptimo de cuantificación

En la Tabla 2 se observa las emisiones gamma principales de los componentes de la serie radiactiva del ^{238}U .

Considerando la secuencia establecida en la serie radiactiva, la información que nos puedan brindar los radio-nucleidos ^{230}Th y ^{234}Th sería la más directa, pero tanto la intensidad de los picos gamma así como del nivel de autoabsorción gamma involucrado minimizan esta posibilidad más aún tomando

en cuenta la dificultad de determinar la eficiencia en dicho rango de energías.

Tabla 2. Emisiones gamma principales de los radio-nucleidos en equilibrio radiactivo en la serie ^{238}U .

Radionúclido	Energía fotón (keV)	
^{214}Pb	295,2	351,92
^{214}Bi	609,29	1120,31
^{226}Ra	186,18	
^{230}Th	143,57	185,77
^{234}Th	92,37	92,79

En la Tabla 3 se observa la variación del fondo natural en el sistema de medición "Gamma" utilizado, considerando el blanco analítico (portamuestra de acrílico + envase Marinelli) en donde el pico de 186,18 keV muestra un fondo significativamente mayor en relación con los demás radionúclidos.

Tabla 3. Fondo natural en sistema gamma.

Energía (keV)	(Tasa de conteo $\pm U_R$) 10^{-3} (cps)
186,2	11,5 \pm ,4
351,9	4,6 \pm 0,2
609,29	4,4 \pm 0,3
1001,01	1,6 \pm 0,2
1120,3	1,8 \pm 0,1
1764,5	3,2 \pm 0,1

Asimismo, el pico de 186,2 keV sufre la interferencia directa tanto del 185,77 keV (^{234}Th) y principalmente del pico de 185,71 keV del ^{235}U con degradación en la resolución del pico correspondiente. Por ello, se emplea el ^{226}Ra sólo de modo referencial, en tanto que, los picos correspondientes al ^{214}Pb y ^{214}Bi muestran una intensidad relativamente adecuada en donde la mayor interferencia correspondería al pico suma del ^{228}Ac (281,9 keV + 328,0 keV) en el pico de 609,3 keV.

Además, la mejor estadística de conteo por un mayor valor de eficiencia y un factor autocoincidencia γ - γ [1] equivalente a la unidad hacen del pico de 351,9 keV del ^{214}Pb la opción más adecuada para la determinación radiométrica del U.

2.2 Cálculo de autoabsorción gamma

Se emplea una fuente patrón de ^{152}Eu de 355,7 kBq (IAEA) fechada al 01-01-81, la que se coloca directamente encima del blanco analítico como del envase contenedor de muestra. Se realiza un conteo de 2000 s luego del cual se evalúan los picos de 121,8 keV,

244,4 keV, 344,3 keV, 779 keV, 964 keV, 1112 keV y 1408 keV mediante el programa Genie 2K calculando el factor de atenuación para cada energía según la ecuación:

$$F_{atte} = \frac{1}{\mu h} (1 - e^{-\mu h}) \quad (1)$$

Donde:

h : altura de muestra (cm)

μ : coeficiente absorción lineal (cm^{-1}) que se determina mediante relación logarítmica entre la actividad del blanco analítico (A_b) y muestra (A_m) para cada energía i.

$$\mu_i = \text{Ln} \left(\frac{A_b}{A_m} \right) * (2r)^{-1} \quad (2)$$

Donde:

r : radio de envase de medición (cm)

Se grafica la función energía- F_{atte} extrapolando los valores correspondientes.

2.3 Curva de calibración

A partir de los datos de tabla 4 se grafica la curva de calibración: Concentración (mg/kg) vs actividad específica (cps/g), corregida por autoabsorción gamma y humedad, calculando los parámetros de regresión en forma ponderada [2].

Tabla 4. Datos de Calibración empleando el pico 351,9 keV del ^{214}Pb (tres réplicas por punto de calibración, como mínimo, a excepción del blanco N=12).

Código	[U] (mg/kg)	actividad específica (cps/g)* 10^{-4}	CV (%)
Blanco	0	2.3 ± 0.4	17,4
1	2,5	16 ± 1	6,3
2	29	85 ± 2	2,2
3	85	236 ± 9	3,4
4	218,6	632 ± 22	3,5
5	330,7	852 ± 7	0,8
6	370	990 ± 7	0,7
7	400	1082 ± 14	1,2
8	1248	3477 ± 53	1,5
9	2280	5830 ± 21	0,4
10	2654	6835 ± 45	0,7
11	3180	7860 ± 42	0,5
12	3546	7682 ± 87	1,1

Se obtiene una función lineal en el intervalo de concentración 0 – 3180 mg/kg con coeficiente de correlación $r = 0,9992$ definida como:

$$Y [\text{cps/g}] = 25,7 * 10^{-5} \cdot [x] + 13,32 * 10^{-5} \quad (3)$$

2.4 Cálculo de eficiencia y actividad en muestras estándar

A fin de corroborar el equilibrio secular en las muestras evaluadas se calcula la actividad del ^{226}Ra y la correspondiente al ^{214}Pb . Para ello se determina la eficiencia de medición empleando la muestra de referencia CANMET[†] Uranium Ore BL-4A cuyo valor de referencia para $^{226}\text{Ra} = (15,5 \pm 0,5)$ Bq/g (código 8 en Tabla 1).

Se evalúan los picos de 186,18 keV (^{226}Ra) y 351,9 keV y 1764,5 keV del ^{214}Pb graficando la función $\ln(\text{energía})$ vs $\ln(\text{eficiencia})$, ajustada a un polinomio de segundo orden.

Tabla 5. Eficiencia del detector gamma empleando geometría para medición radiométrica (5 mm a detector-envase $\phi = 13$ mm).

Radionúclido	Energía (KeV)	Eficiencia (%)
^{226}Ra	186,18	19,16
^{214}Pb	351,9	6,05
^{214}Pb	1764,5	1,83

Considerando los datos de intensidad de pico gamma según referencia [3] se calcula la actividad tanto del ^{226}Ra y ^{214}Pb en los estándares empleados cuyos resultados se observan en la tabla 6.

Tabla 6. Relación de actividad (R_A) entre ^{226}Ra (186,18 keV) y ^{214}Pb (351,9 keV) en los estándares de calibración.

Código	^{226}Ra (Bq)	^{214}Pb (Bq)	R_A
1	$0,06 \pm 0,02$	$0,06 \pm 0,01$	1,00
2	$0,39 \pm 0,05$	$0,37 \pm 0,01$	1,05
3	$1,20 \pm 0,10$	$1,03 \pm 0,04$	1,17
4	$3,80 \pm 0,30$	$2,8 \pm 0,1$	1,36
5	$4,08 \pm 0,07$	$3,77 \pm 0,03$	1,08
6	$4,28 \pm 0,05$	$4,39 \pm 0,03$	0,97
7	$4,65 \pm 0,09$	$4,82 \pm 0,03$	0,96
8	$15,7 \pm 0,4$	$15,5 \pm 0,2$	1,01
9	$26,1 \pm 0,3$	$25,9 \pm 0,1$	1,01
10	$30,9 \pm 0,3$	$30,4 \pm 0,2$	1,02
11	$37,5 \pm 0,4$	$34,5 \pm 0,2$	1,08
12	$41,9 \pm 0,6$	$34,1 \pm 0,4$	1,23

2.5 Límite de Detección (LD)

Para el cálculo del límite de detección se aplica la siguiente definición establecida en la referencia [2] página 125.

[†] Canada Centre for Mineral and Energy Technology

$$LD = Y_B + 3 S_B \quad (4)$$

Donde:

Y_B = señal de blanco analítico

S_B = desviación estándar de blanco

Empleando el pico de energía plena de 351,9 keV del ^{214}Pb (N=12), se obtiene un LD = 0,8 mg/kg, considerando en cada réplica la precisión expresada como coeficiente de variación (CV%) no mayor al 30%.

2.6 Determinación de U en muestras problema

Se aplica la metodología implementada en el análisis de U en cuatro muestras de granito previamente evaluadas por la técnica de INAA basada en el método de k_0 . Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 7.

Cabe indicar que la masa empleada para el análisis por INAA es de 0,2 g en tanto que para la evaluación radiométrica se utilizó masas conocidas de 20 g.

Tabla 7. Resultados de U en muestras de granito obtenidos mediante método radiométrico (MRM) (n=3) e INAA (n=2).

Muestra	INAA (mg/kg)	MRM (mg/kg)	R
1	48 ± 4	44 ± 2	1,09
2	11,3 ± 0,9	11,0 ± 0,6	1,03
3	152 ± 4	146 ± 2	1,04
4	24 ± 1	16 ± 2	1,5

3. Resultados y Discusión

La aplicación de una regresión ponderada en el tratamiento de los datos de la curva de calibración lineal obedece a las características heterocedásticas que presenta la variación del error con respecto a la concentración.

La Figura 1 nos muestra un aceptable grado de correlación expresado como $R = 0,9992$ entre la concentración y la señal de cuantificación definida como tasa de conteo específica (cps/g).

La naturaleza diversa de los estándares de referencia empleados nos permite asegurar un mayor rango de aplicación. Sin embargo, se debe tomar en cuenta aquéllos con un alto contenido de Th, tales como los patrones con códigos: 3 y 4 de la Tabla 1 en donde la relación R_A es mayor a 1,1 indicando que

probablemente no se ha alcanzado el equilibrio secular entre el ^{226}Ra y el ^{214}Pb .

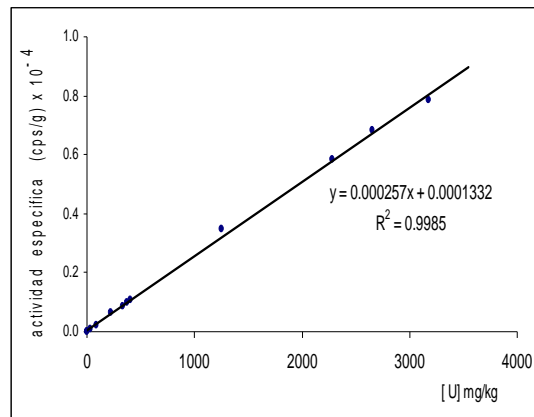


Figura 1. Curva de Calibración Radiométrica, mediante regresión ponderada, empleando el pico gamma de 351,9 keV del ^{214}Pb .

Al aplicar la conversión de actividad en términos de concentración de 12,4 Bq de ^{238}U por mg de U natural se tiene que la concentración calculada a partir de la actividad del ^{226}Ra en los patrones 3 y 4 resulta 96,8 mg/kg y 306,5 mg/kg respectivamente, en tanto que a partir de la actividad del ^{214}Pb se obtiene 83,1 mg/kg y 225,8 mg/kg respectivamente, valores cercanos a los de referencia, lo que indica probable contribución adicional en el pico de 186,18 keV del ^{226}Ra y no una falta de equilibrio secular, lo que hace más consistente el empleo del pico de 351,9 keV del ^{214}Pb como señal de cuantificación radiométrica.

Se observa que el patrón con código 12 cuya matriz es mineral de carnotita ($\text{K}_2(\text{UO}_2)_2(\text{VO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), presenta una desviación significativa del $R_A = 1,23$ y cuya conversión en términos de concentración resulta 3379 mg/kg y 2750 mg/kg a partir del ^{226}Ra y ^{214}Pb , respectivamente.

Esto indicaría efectivamente un problema en el equilibrio secular establecido, a investigar en una segunda próxima etapa del trabajo.

El límite de detección calculado de 0,8 mg/kg es el adecuado para trabajos sobre prospección y la masa empleada de 20 g en contraste al empleado por la técnica de INAA (0,2 g) asegura una representatividad de la muestra, especialmente en aquéllas cuya heterogeneidad es relativamente alta como en el caso del granito.

Los resultados en las muestras problema de la tabla 7 nos indican una alta similitud a los obtenidos mediante INAA a excepción de la muestra N° 4, discrepancia que no hemos podido identificar.

4. Conclusiones

Se ha implementado un método instrumental, basado en la técnica de radiometría gamma, para la determinación directa de U en varios tipos de mineral, empleando el pico de 351,9 keV del ^{214}Pb para su cuantificación.

Se ha alcanzado un límite de detección de 0,8 mg/kg de uranio, debido fundamentalmente a las características del sistema de espectrometría gamma utilizado.

Se ha mostrado la consistencia cuantitativa del pico de 351,9 keV. Sin embargo, es importante evaluar el factor R_A para descartar

falta de equilibrio secular y posible contribución de otros radionúclidos.

5. Bibliografía

- [1] García Talavera M, Laedermann JP, Quintana B. Coincidence summing corrections for the natural decay series in γ -ray spectrometry. *Journal of Radiation and Isotopes*. 2001; 54:769-776.
- [2] Miller J, Millar J. Estadística y Quimiometría para Química Analítica. Editorial Prentice Hall, 4ta. Edición 2000.
- [3] Menno Blaauw. The K_0 -Consistent IRI gamma-ray catalogue for INAA. Interfaculty Reactor Institute Delft 1996.

Un método para el redondeo y la expresión automática de cifras significativas en resultados experimentales

Eduardo Montoya^{1,*}, Isaac Cohen², María Fornaciari³, Patricia Bedregal¹, Blanca Torres¹

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Avellaneda, Secretaría de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva. Av. Mitre 750 (1870) Avellaneda, Argentina

³ Comisión Nacional de Energía Atómica, Centro Atómico Ezeiza, Agencia Minipost 1804, República Argentina

Resumen

Se propone un algoritmo de computadora para la determinación automática del número de cifras significativas, para ser usado en el proceso de cálculo y presentación de resultados experimentales. Dicho algoritmo requiere el conocimiento de la incertidumbre estándar que afecta al resultado y puede ser implementado como una aplicación en diversos lenguajes de programación. El algoritmo propuesto es particularmente útil en los casos en que se deben reportar conjuntos grandes de resultados experimentales, que cubren un rango de varios órdenes de magnitud, como es por ejemplo el caso del análisis por activación neutrónica. Se presentan y discuten ejemplos de su aplicación, empleando una macro programada en MS EXCEL®. Finalmente, se propone el criterio de reportar los resultados con una sola cifra incierta y sus incertidumbres asociadas con una sola cifra significativa, si los resultados serán usados para un nivel de decisión, o con dos cifras inciertas y sus incertidumbres asociadas con dos cifras significativas, si los resultados considerados son susceptibles de re-normalización o actualización, cuando las constantes involucradas en el cálculo registran nuevos valores recomendados en la literatura.

Abstract

We propose a computer algorithm for the automatic determination of the number of significant figures, to be used in the process of calculation and presentation of experimental results. The algorithm requires the knowledge of the standard uncertainty associated to the considered experimental result and can be implemented as an application, in different programming languages. The proposed algorithm is particularly useful in those cases in which it is necessary to report large sets of experimental results, covering a range of several orders of magnitude, as it is for example, the case of neutron activation analysis. Application examples, using a macro programmed in MS EXCEL®, are presented and discussed. Finally, we propose to report the experimental results with only one uncertain figure and their associated uncertainties with one significant figure, if the results are intended for a decision level, or with a maximum of two uncertain figures and their associated uncertainties with two significant figures, if the considered results will be susceptible of being renormalized or updated, when the constants involved in the calculation exhibit new recommended values in the literature.

1. Introducción

Aun cuando las reglas de redondeo y de uso de cifras significativas son herramientas primarias para la expresión y la comunicación de resultados experimentales, que deberían ser objeto de tratamiento habitual ya en la formación básica de grado, la existencia de criterios disímiles de presentación, muchas veces erróneos, demuestra que incluso en la literatura especializada este tema está muy lejos de ser

dominado, si se supone que es al menos conocido.

Se observa frecuentemente en las publicaciones que el único criterio empleado en la presentación de datos es la igualdad en cifras decimales (véanse, a título de ejemplo, los trabajos de Freitas *et al.*, 2000 y Duke *et al.*, 2000) [1,2]. Semejante criterio, que tiene sustento técnico equivalente a ordenar los

* Correspondencia autor: emontoya@ipen.gob.pe

libros de una biblioteca por el alto de su lomo o el color de su tapa, conducen a expresiones cuestionables desde su significado físico.

Tablas incluidas en reconocidas publicaciones muestran inconsistencias entre el número de cifras decimales de resultados e incertidumbres, o en el número de cifras significativas de la incertidumbre dentro de la nómina, e inclusive casos aberrantes, como consignar las incertidumbres con tres o más cifras significativas [2, 3 - 6]. Tales errores conceptuales arrastran inevitablemente problemas con el redondeo de los resultados, donde se emplean, a modo de recetas, criterios discutibles sin suficiente análisis. Los trabajos citados en los párrafos anteriores pertenecen a las actas de una prestigiosa reunión internacional (10th International Conference on Modern Trends in Activation Analysis). Los correspondientes artículos han sido publicados en dos volúmenes consecutivos del Journal of Radionalytical and Nuclear Chemistry. Ejemplos similares (Vaughan *et al.*, 1985; Chuang y Lo, 1996; Kyrš y Seluczky, 1993; de Jong *et al.*, 1997) [7-10] pueden encontrarse con facilidad, simplemente consultando la literatura.

Posiblemente, el origen de las anomalías mencionadas anteriormente se relacione con el manejo incorrecto de la expresión de la incertidumbre y sus cifras significativas, término que tiene varias definiciones, no siempre equivalentes. Nos referiremos aquí al concepto de cifra significativa como “aquella que aporta información no ambigua ni superflua acerca de una determinada medida experimental” (Varela, 2004) [11]. Es importante entender que el establecimiento de cifras significativas de un resultado (y, en consecuencia, el de sus cifras decimales, cuando la expresión lo imponga) estará determinado por las cifras significativas de la incertidumbre, que según la International Organization for Standardization [12] no deberán ser superiores a dos.

Las reglas de cómputo de cifras significativas [11, 13] son simples y advierten incluso sobre ejemplos incorrectos de redondeo (Es necesario aclarar que no son universales; de hecho, los autores del presente trabajo no comparten el criterio, evidenciado en el primero de los trabajos citados, de redondear

la incertidumbre en una misma tabla con una o dos cifras significativas, indistintamente).

La aplicación de reglas de redondeo a cualquier resultado experimental, sujeto a una incertidumbre estándar conocida, es una tarea fácil, que toma pocos segundos. La situación es diferente cuando se trata con grandes cantidades de datos, cuyas magnitudes e incertidumbres asociadas pueden ser diferentes entre sí aun en órdenes de magnitud. Éste es, por ejemplo, el caso de las técnicas de análisis multielemental simultáneo, donde las matrices de resultados pueden implicar varios miles de valores. En este tipo de situaciones, la probabilidad de errores debidos al tedio del analista es alta y el tratamiento de los datos debe ser automatizado.

Aunque existen programas comerciales para realizar esta tarea, su costo es muy alto; por tal razón, es conveniente contar con algoritmos y programas que puedan ser implementados en cualquier laboratorio.

En los últimos años, la aplicación Excel de Microsoft, para el manejo de hojas de cálculo, se ha utilizado como herramienta en diversos laboratorios [14-16]. Es interesante observar que la automatización de datos se emplea en ocasiones sin tener en cuenta la necesidad de preservar una presentación donde todos los valores tengan sentido físico. En el último trabajo citado (2005) se consignan incertidumbres con hasta cinco cifras significativas, obviamente inaceptables, derivadas de establecer sin mayor control un número arbitrario de cifras decimales.

En el presente trabajo se describe y evalúa una aplicación de Excel en forma de “macro”, para el redondeo y la presentación automática de cifras significativas de resultados experimentales sujetos a una incertidumbre estándar conocida. Se discuten además criterios para informar resultados con una sola cifra incierta (incertidumbres asociadas con una cifra significativa) o bien si con dos cifras inciertas (incertidumbres asociadas con dos cifras significativas).

2. Metodología

Se utilizó en el desarrollo la versión de Excel del año 2003, en una computadora personal con 512 MB de memoria RAM, con un

procesador Intel Pentium 4 de 3,20 GHz y que trabaja con el sistema operativo MS Windows XP Professional, versión 2002. La aplicación fue escrita en el lenguaje Visual Basic for Applications (VBA) incluido en Excel.

2.1 Consideraciones iniciales

El redondeo de un dato experimental, sujeto a una cierta incertidumbre estándar, requiere el conocimiento del número de cifras significativas del dato. A su vez, el número de cifras significativas queda determinado por el valor de la incertidumbre asociada al dato. Por lo tanto, el primer paso es encontrar el número de cifras significativas, mediante un algoritmo apropiado, para luego proceder al redondeo.

El programa Excel tiene incluida una función de redondeo, **Round(dato,N)**, que recibe como entrada el dato a redondear y el número de cifras decimales, $N \geq 0$, a ser conservados. La función da como salida el dato redondeado al número de decimales especificado. Si se intenta usar un valor $N < 0$, la función retornará un error.

Esta función no es inmediatamente útil para la expresión de datos experimentales, ya que el número de cifras significativas no siempre coincide con el número de cifras decimales. Por ejemplo, sea un dato que tiene el valor de cálculo 38,7951421 y una incertidumbre estándar de cálculo 2,74323081. Es inmediato que el dato redondeado es 39 (dos cifras significativas y ninguna cifra decimal). En este caso la función **Round(dato,N=0)** procedería sin problemas.

La situación sería diferente, si por ejemplo, el dato fuese 29511,4374 y la incertidumbre estándar cruda 2086,77375. En este caso el dato debería ser redondeado a $2,95 \times 10^4$ y la incertidumbre estándar a $2,1 \times 10^3$, (02 cifras significativas) o 2×10^3 , si la incertidumbre va a ser reportada con una sola cifra significativa. En este caso, el uso de la función **Round(dato,N)** requiere una preparación previa. Otra limitación de la función **Round(dato,N)**, del VBA incluido en Excel, es que arroja un error cuando tiene que trabajar con números de órdenes de magnitud menores que 10^{-21} . Por otra parte, algunas cantidades experimentales, como por ejemplo, la masa del electrón expresada en

gramos, tienen un orden de magnitud tan pequeño como 10^{-28} .

También es necesario considerar problemas derivados de la precisión de los datos de tipo "Double" (variable de punto decimal flotante de doble precisión). Por ejemplo, si el dato a considerar es el número de Avogadro, con una incertidumbre estándar de $u = 4,7E16$, la aritmética de doble precisión de Excel producirá 6,02214990000001E23 en lugar de 6,0221499E23.

Otro problema de Excel está en el formato de presentación de los datos y la presentación de los ceros. Por ejemplo, si un dato redondeado a 2 cifras significativas resulta 1,0 el programa escribirá 1, a pesar de que en este caso el cero es significativo. En consecuencia, toda aplicación que se desarrolle para la expresión de datos deberá manejar los problemas de formato.

2.2 Descripción del algoritmo y la aplicación

La figura 1 muestra esquemáticamente el algoritmo empleado. Dado que algunas cantidades a medir pueden ser negativas y que se emplean logaritmos en varias etapas del proceso, al inicio del cálculo se toman los valores absolutos del dato y de la incertidumbre.

En el paso siguiente (2), el algoritmo trabaja suponiendo inicialmente un orden de magnitud muy bajo (por ejemplo $OMX_0 = 10^{-50}$), y un número inicial de cifras decimales (ND) dado por:

$$ND = 2 - \text{Log}_{10}(OMX_0) \quad (1)$$

Se procede a comparar el valor supuesto para el orden de magnitud con el valor de la incertidumbre bajo consideración. Mientras la incertidumbre resulte mayor, se incrementa el orden de magnitud por un factor de 10 y se disminuye el número supuesto de cifras decimales en 1, tantas veces como sea necesario. Por ejemplo (ver Tabla 1, segunda fila), para una incertidumbre primaria de 0,008423875 el proceso se detendrá cuando el orden de magnitud de la incertidumbre haya alcanzado el valor de 0,01 (un orden de magnitud por exceso) y el número de cifras decimales el valor de 4. El algoritmo corrige el valor final del orden de magnitud de la

incertidumbre multiplicando por 0,1 y guarda el resultado para uso posterior.

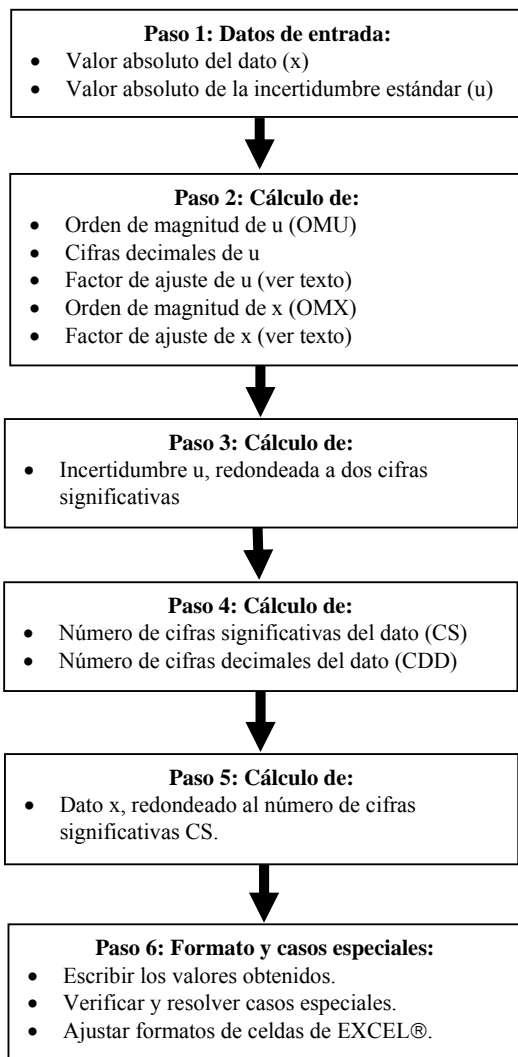


Figura 1. Esquema general del algoritmo de cálculo.

Durante este proceso, el factor de ajuste es igual a 1, a menos que el número de cifras decimales baje tanto que llegue a ser menor que cero. En este momento, el algoritmo divide el factor de ajuste por 10 y pone nuevamente en cero el número de decimales. Si el valor de la incertidumbre todavía resultara mayor que el del orden de magnitud supuesto, el número de decimales se mantendrá en cero mientras que el factor de ajuste seguirá disminuyendo en factores de 10. Así por ejemplo, en el caso de que la incertidumbre de cálculo fuese igual a 1249,751135 el proceso termina cuando el orden de magnitud alcance un valor 10^4 (que,

como en el caso anterior, se corregirá a 10^3), mientras que el factor de ajuste habrá alcanzado el valor de 0,01 y el número de cifras decimales se mantendrá en cero. La determinación del orden de magnitud para el caso del dato se realiza de manera completamente análoga.

La utilidad del factor de ajuste (f) es que permite usar la función **Round(dato,N)** para efectuar el redondeo. Por ejemplo, para redondear 1249,751135 a $1,2 \times 10^3$, (02 cifras significativas) se usa el siguiente artificio:

$$u = \text{Round}(u * f, 0) / f \quad (2)$$

En el ejemplo considerado, al multiplicar 1249,751135 por 0,01 el resultado es 12,49751135 que redondeado a cero cifras decimales produce 12. Finalmente, al dividir por 0,01 se obtiene 1200, que es la incertidumbre redondeada. Con este ejemplo queda descrito el paso 3 (ver Figura 1). La determinación del número de cifras significativas (CS) del dato a redondear (ver figura 1, paso 4) se efectúa mediante la ecuación:

$$CS = 2 + \text{Log}_{10}(\text{OMX} / \text{OMU}) \quad (3)$$

Se ha considerado el caso especial de que el dato fuera igual a cero. Por ejemplo, la línea de base de la absorbancia de un espectrofotómetro en función del tiempo, podría dar algo así como 0,0000 con una incertidumbre estándar de 0,0003578. En este caso el número de cifras significativas es:

$$CS = 2 - \text{Log}_{10}(\text{OMU}) \quad (4)$$

El número de cifras decimales del dato redondeado queda fijado por el número de cifras decimales de la incertidumbre redondeada.

Para el redondeo de un dato dado al número de cifras significativas que le corresponda (paso 5), el algoritmo usado es el siguiente:

- *Paso 5.1:* Se convierte el valor inicial a un número entero que contiene todas sus cifras significativas. Esto se logra dividiendo por 10^z , donde $z = \text{log}_{10}(\text{OMX}) - \text{CS} + 1$, y redondeando el resultado a cero cifras decimales. Así por ejemplo, si el dato es 0,112049354 y la incertidumbre cruda

0,008423875; la operación lo convierte en 112.

- *Paso 5.2a:* Si el orden de magnitud del dato es menor que 10^{13} , se multiplica el resultado del paso anterior por el orden de magnitud del dato (OMX) y se divide por $10^{(CS-1)}$. En el ejemplo considerado, se multiplicaría 112 por su orden de magnitud (0,1) y se dividiría por $10^{(3-1)} = 10^2$. El resultado es 0,112 que es el dato redondeado.

- *Paso 5.2b:* Si, por el contrario, el orden de magnitud del dato es mayor o igual que 10^{13} , el resultado del paso 1 se multiplica por el orden de magnitud de la incertidumbre y se divide por el orden de magnitud del dato. Por ejemplo, para el número de Avogadro, ($u = 4,7 \times 10^{16}$), se obtiene como resultado 6,0221499. El exponente (en este caso "E+23") se añade después, en forma automática, durante el ajuste del formato de presentación de resultados.

- *Paso 5.2c:* Si el orden de magnitud del dato es $OMX < 10^{-20}$ se divide el resultado del paso 2a por 10^{20} y se termina el cálculo empleando la función **Round(dato,N)**; el valor final buscado es: **DR = Round(d2a ,ND)*10²⁰** (5).

En esta ecuación ND es el número de decimales que tendrá el dato redondeado y **d2a** es el resultado obtenido en el paso 2^a, dividido por 10^{20} . Con este artificio se elude el problema de los errores de la función **Round(dato, N)** para valores muy pequeños.

3. Resultados y Discusión

El método desarrollado se aplica con éxito desde mediados de 2008 en el Laboratorio de Técnicas Analíticas Nucleares del IPEN, como parte de un programa más amplio, de cálculo automático de resultados de análisis por activación neutrónica según el método del k_0 . Como se puede apreciar en la figura 1, la rutina de cálculo es directa y en consecuencia, puede ser fácilmente incluida como componente de programas más amplios, para la automatización del tratamiento y la presentación de datos experimentales. En razón de que el énfasis está puesto en este caso en los datos resultantes del análisis multielemental de diversas muestras, el algoritmo permite la aplicación de criterios distintos, según se trate

de la información al usuario o la destinada al archivo del propio laboratorio. El usuario requiere del resultado analítico para un nivel de decisión, de forma tal que la expresión debe ser suficientemente simple como para permitir su rápida interpretación; lo aconsejable aquí sería brindar la incertidumbre con sólo una cifra significativa. En cambio, el laboratorio puede requerir del dato histórico con fines de comparación o de actualización, si las constantes involucradas en el cálculo y extraídas de la literatura registran nuevos valores recomendados. En tal situación, la expresión de una cifra significativa podría representar un nivel de aproximación muy grande en el redondeo, que de alguna forma representaría una distorsión que invalidaría la posibilidad de efectuar nuevos ajustes, por cuya razón es recomendable el uso de dos cifras significativas.

Cualquiera sea el número de cifras significativas que se decidiera emplear (siempre uno o dos, y no más) es claro que la incertidumbre es el factor que determina el número de cifras decimales o dígitos significativos del resultado y sobre esta base es que se efectúa el redondeo de la expresión. En la Tabla 1 se presentan ejemplos de resultados obtenidos al aplicar el algoritmo propuesto para dos cifras significativas de incertidumbre, en los que se seleccionaron algunos datos que por su dimensión presentan dificultades para el redondeo. Puede verse que todos ellos son correctos. El tiempo de ejecución observado es menor que un segundo, para un conjunto de 250 datos. Las pruebas de validación y optimización continúan al presente.

Algunos pasos de este algoritmo requerirán una justificación teórica rigurosa, que se desarrollará más adelante. Ésta deberá incluir a la utilización de la ecuación (1), que es empírica y se obtuvo por ensayo y error, a partir de la observación de que otros valores, tales como 0, 1 o 3 en el primer término del lado derecho producen resultados incorrectos.

Un ejemplo práctico permite sostener la validez de las ecuaciones (3) y (4), que se proponen como una definición del número de cifras significativas. Así, si se obtienen datos de cálculo como 29511,43737 con una incertidumbre estándar cruda de

2086,773752, al aplicar la ecuación (3) se obtiene:

$$\begin{aligned} \text{OMX} &= 10^4 \\ \text{OMU} &= 10^3 \\ \text{CS} &= 2 + \text{Log}_{10}(10^4/10^3) = 3 \end{aligned}$$

La ecuación (4) es simplemente un caso especial de la ecuación (3), aplicable cuando el dato tiene el valor 0.

Tabla 1. Ejemplos de resultados obtenidos.

<i>Dato crudo</i>	<i>u cruda</i>	<i>Dato redondeado</i>	<i>u Redondeada</i>
3,356603274	0,237347694	3,36	0,24
0,112049354	0,008423875	0,1120	0,0084
11,31820197	0,800317738	11,32	0,80
0,613250006	0,043363324	0,613	0,043
20,16790875	1,426086507	20,2	1,4
32,86706466	10,21540426	33	10
9,04696256	0,639716859	9,05	0,64
21,90347698	2,190347698	21,9	2,2
8,335766623	0,589427712	8,34	0,59
38,79514209	2,743230809	38,8	2,7
1,558212471	0,147218209	1,56	0,15
17674,15002	1249,751135	17700	1200
29511,43737	2086,773752	29500	2100
0	0,0003578	0,00000	0,00036
6,02215E+23	4,7E+16	6,0221499E+23	4,7E+16
29511,43737	20086,77375	3E+4	2E+4
73,6	1	73,6	1,0
-738	50	-740	50
12,06	0,27182429	12,06	0,27
0,02346	0,001623	0,0235	0,0016
3125	137	3120	140
4276	215	4280	220
1008,735	1,8	1008,7	1,8
9,10939E-28	5,4E-35	9,10939E-28	5,4E-35
93,8671	20,3154	94	20

4. Conclusiones

Se ha demostrado la factibilidad de usar Excel para el redondeo automático de conjuntos heterogéneos de datos experimentales, aplicando los criterios aceptados para el uso de las cifras significativas. Es indudable que, en comparación con otros lenguajes de programación, el uso de esta aplicación implica mayores problemas de formato y precisión aritmética, pero las ventajas de la de Excel, en su versión 2003, se encuentran en su bajo costo, facilidad de uso y posibilidad de programación amigable de

aplicaciones matemáticas, moderadamente exigentes, con respuesta relativamente rápida.

5. Bibliografía

- [1] Freitas M C, Reis M A, Marques A P, Wolterbeek H T. Dispersion of chemical elements in an industrial environment studied by biomonitoring using *Parmelia sulcata*. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2000; 244:109-115.
- [2] Duke M J M, Plante A F, McGill W B. Application of INAA in the characterisation and quantification of Dy-labeled ceramic spheres and their use as inert tracers in soil studies. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2000; 204:163-171.
- [3] Coccaro D M B, Saiki M, Vasconcellos M B A, Marcelli M P. Evaluation of trace elements in different species of lichens by neutron activation analysis. *J. Radional. Nucl. Chem.* 2000; 244, 141-145.
- [4] Dybczyński R, Danko B, Polkowska-Motrenko H. NAA study on homogeneity of reference materials and their suitability for microanalytical techniques. *J. Radional. Nucl. Chem.* 2000; 245:97-104.
- [5] Piasentin R M, Armelin M J A, Primavesi O, Saiki M. Study on the absorption of Fe, Mn, Mo and Zn by two cultivars of pigeonpea (*Cajanus cajan*, Millsp) submitted to two doses of fertilizers using INAA. *J. Radional. Nucl. Chem.* 2000; 244:295-297.
- [6] Ding W J, Qian Q F, Hou X L, *et al.* Determination of chromium combined with DNAS, RNA and proteins in chromium-rich brewer's yeast by NAA. *J. Radional. Nucl. Chem.* 2000; 244, 259-262.
- [7] Vaughan A T M, Keeling A, Yankuba S C S. The production and biological distribution of yttrium-90 labelled antibodies. *Int. J. Appl. Radiat. Isot.* 1985; 36:803-806.
- [8] Chuang JT, Lo JG. Extraction chromatographic separation of carrier-free ⁹⁰Y from ⁹⁰Sr/⁹⁰Y generators by crown ether coated silica gels. *J. Radional. Nucl. Chem.* 1996; 204:81-93.
- [9] Kyrš M, Seluczký P. A rapid separation of Sr from Ca by solvent extraction with dicarbollides in the presence of EDTA and polyethylene glycols. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 1993; 74:153-165.
- [10] De Jong M, Bakker W H, Krenning E P, Breemna W A P. *et al.* Ytrium-90 and indium-111 labelling, receptor binding and

biodistribution of [DOTA⁰,D-Phe¹,Tyr³]octreotide, a promising somatostatin analogue for radionuclide therapy. *European Journal of Nuclear Medicine*. 1997 abr; 24(4):368-371.

[11] Varela, L. M. De la medición de magnitudes físicas: unidades, cifras significativas e incertidumbres de medida. [Serie en Internet]. 2004. Disponible en URL: http://www.enciga.org/boletin/56/De_La_Medicion_De_Magnitudes_Fisicas.pdf [Fecha de acceso: 2 de mayo de 2009].

[12] International Organization for Standardization (1995) *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*. ISO/IEC Guide 98:1995.

[13] Caballero J, y Harris, D. (1998) “There seems to be uncertainty about the use of significant figures in reporting uncertainties of results”. *J. Chem. Educ.* 75(8),1996.

[14] Robouch P, Arana G, Eguskiza M, Pommé S, Extebarria N. Uncertainty Budget for k₀-NAA. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2000; 245, 195-197.

[15] Younes N, Robouch, P. A Web tool for calculating k₀-NAA uncertainties. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2003; 257:665-667.

[16] Landsberger S, Jackman K, Welch L. Neutron activation analysis using Excel files and Canberra Genie-2000. *J. Radional. Nucl. Chem.* 2005; 264:235-237.

k_0 -based instrumental neutron activation analysis using MS-Excel and Canberra Genie-2000

Eduardo Montoya*, José Pardo, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Patricia Bedregal,
Blanca Torres

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470,
Lima 41, Perú

Resumen

Se describe una aplicación desarrollada en Microsoft Excel, para el procesamiento completo de datos y presentación automatizada de resultados de análisis por activación neutrónica instrumental paramétrico, según el método del k_0 . La aplicación hace uso extensivo de la información generada por el sistema de espectroscopia gamma Genie-2000, de Canberra, minimizando el ingreso manual de datos por parte del usuario. Una característica especial de la aplicación es la determinación automática del número de cifras significativas de cada resultado, así como el redondeo y presentación automáticos, de los resultados y sus incertidumbres expandidas ($k=2$), en los formatos correctos. La aplicación ha sido validada mediante el análisis de materiales de referencia y se encuentra en etapa de producción y mantenimiento. El uso de la aplicación ha permitido incrementar la eficiencia en el trabajo analítico, en el Laboratorio de Técnicas Analíticas Nucleares del IPEN.

Abstract

We describe an application, developed in Microsoft Excel, for the complete processing of data and automated presentation of results, of k_0 -based instrumental neutron activation analysis. The application makes extensive use of the data generated by the Canberra's Genie-2000 spectroscopy system, minimizing the manual input of data by the user. A special feature of the application is the automatic determination of significant figures for each result, as well as the automatic rounding and presentation of the results and their expanded uncertainties ($k=2$), in the right format. The application has been validated by the analysis of reference materials and it is on production and maintenance steps. The use of the application has allowed the improvement of the efficiency, of the analytical work, in the Laboratory of Nuclear Analytical Techniques of IPEN.

1. Introduction

Despite that few commercial software packages are currently available, for the determination of elemental concentrations in k_0 -based instrumental neutron activation analysis, several INAA laboratories prefer to develop their own in house packages [1]. Some reasons for this are that the commercial packages are expensive and not too friendly to the user [2]. In addition, a specific purpose software package, tailored according to the needs and instrumentation of a particular laboratory, is sometimes required.

In the last ten years, the Microsoft Excel Application has been used as a calculation tool in scientific laboratories [3, 4]. In 2005, Landsberger *et al.* [2] described an application based in Microsoft Excel and Canberra's Genie-2000, for the automatic

calculations of results of the traditional multi-comparator method of instrumental neutron activation analysis. Because the calculations involved are relatively simple, they were able to use a very simple approach, "placing the heart of the comparator standard method of NAA calculation in an Excel spreadsheet" [2]. The cited application was devised for educational purposes, allowing the students to modify the calculations by direct changing the formulas or data in the cells of the spreadsheet.

In the k_0 -based INAA, the experimental work is relatively easier, at a cost of a quite more involved mathematical processing of the data. In addition, an application for routine analytical work has to be able to process

* Correspondencia autor: emontoya@ipen.gob.pe

large sets of samples, in an unattended way. In that situation, it is better to put the mathematical and presentation engine in a suitable high level computer code.

The present work describes and discusses, an application, developed in Microsoft Excel, for the complete processing of data and automated presentation of results, of k_0 -based instrumental neutron activation analysis.

2. Methodology

The application has been developed using the Microsoft Visual Basic for Applications, already included with the Microsoft Excel 2003. As well as in the case of [2], the Canberra software Genie-2000 is used for the detector calibrations, MCA settings, spectral acquisition and peak fitting routines.

2.1 Program structure: input data

The general structure of the application it is shown in figure 1. In few words, a block of data is read and processed by the main engine. The first 09 items of data have to be furnished by hand for each sample, in a row of a spreadsheet. This task is performed by the analyst before the irradiation, for a set of samples, using a simple spreadsheet form.

The biggest part of the analytical data per sample (about a hundred of gamma peak intensities + dates and times of counting + dead and live counting times) are found and read by the application, in an automatic way, from the data files produced by the Canberra's Genie-2000 software.

Another important set of data it is comprised by the parameters f and α [5 - 7] of the irradiation facility, a set of nuclear constants of the used nuclides, the efficiencies of the gamma ray detector and the correction factors for spectral interference, blanks, etc. These data are kept in a spreadsheet working as a data base which is consulted by the application.

2.2 Program structure: calculations

The main engine starts with a selection and sorting of the input data, which are necessary for the next step. The calculations proceed according to the cumbersome and well known mathematical equations of the k_0 method of neutron activation analysis, which

have been repeatedly appeared in literature [5 - 7].

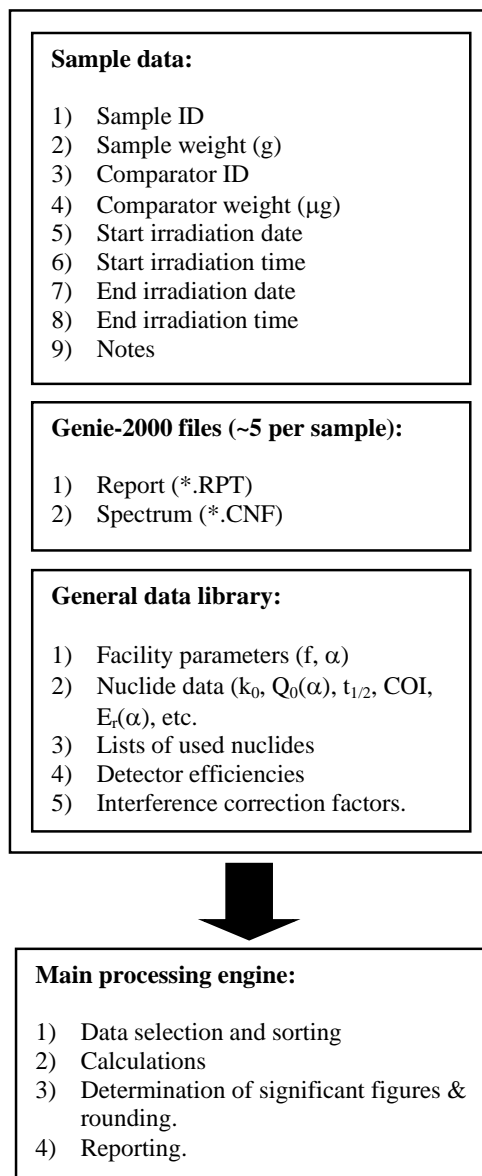


Figure 1. General program structure.

The next step is also a calculation. The number of significant figures of each analytical result is determined and each result is rounded to the corresponding number of significant figures. The expanded uncertainties associated to the analytical results are rounded to 01 significant figure. The details of these calculations have been described elsewhere [8].

2.3 Software validation

The validation of the application has been done using, as input, available sample data and Genie-2000 files, corresponding to neutron activation analysis of different reference materials, performed in the laboratory in the past two years. An example of the final report generated by the program it is shown in table 1.

Table 1. Example of report for the NIST-SRM-1633b-Coal Fly Ash.

<i>The Element</i>	<i>Result (crude) (mg/kg)</i>	<i>Result (rounded) (mg/kg) ± U (k=2)</i>	<i>Certified Values (U), k=2</i>
As	126,653229	130 ± 10	136,2 (2,6)
Ba	651,544219	650 ± 70	709 (27)
Ce	186,64804	190 ± 20	190
Co	49,0591127	50 ± 5	50
Cr	200,356786	200 ± 20	198,2 (4,7)
Cs	10,8073281	11 ± 1	11
Eu	3,58165087	3,6 ± 0,4	4,1
Fe	78693,3722	79000 ± 8000	77800 (2300)
Ga	49,5615	50 ± 5	
Hf	7,09383057	7,1 ± 0,7	6,8
K	19080,4977	19000 ± 2000	19500 (300)
La	83,0648507	86 ± 9	94
Lu	1,35586931	2,5 ± 0,2	1,2
Na	2089,4277	2100 ± 200	2010 (30)
Nd	82,2478388	82 ± 8	85
U	8,06732477	8,1 ± 0,8	8,79 (0,36)
Th	25,6278757	26 ± 3	25,7 (1,3)
Rb	132,454984	130 ± 10	140
Sb	5,93712971	5,9 ± 0,6	6
Sc	42,6348673	43 ± 4	41
Sm	8,16886663	8,6 ± 0,9	20
Sr	1199,62795	1200 ± 100	1041 (14)
Ta	1,80093457	1,8 ± 0,2	1,8
Tb	2,78837536	2,8 ± 0,3	2,6
W	5,48883751	5,5 ± 0,5	5,6
Yb	8,13789581	8,1 ± 0,8	7,6

3. Results and discussion

The results in table 1 are one example to show that the developed application works in a right way, giving accurate results and expressing those in a proper format. It can be seen that the order of magnitude covers the range (10^0 , 10^4). Table 1 has results for 26 elemental concentrations, determined by INAA using intermediate and long lived

nuclides. Another about nine elements should be added if we consider the INAA using short lived nuclides (Al, Cl Cu, In, Mg, Mn, Ti, V, Dy). Having to round by hand 35 crude results and 35 crude uncertainties (not shown in table 1) per sample, for a batch of a hundred samples, would be a very uncomfortable task for any analyst.

It could be commented that having to input by hand a set of nine entry data per sample, for a batch of a hundred samples is still an unpleasant task. For the moment, that is the situation in our laboratory. Even so, the actual application had allowed a significant improvement of the efficiency of the analytical work in the laboratory, in comparison with the former situation, in which it was being necessary to input by hand about a hundred of numerical data for each sample. A comprehensive automation project, currently in an early step of progress [9], will allow the automatic feed of the numerical data required by the items 2, 4 to 8, in a near future.

A special feature of the developed application is the automatic determination of the number of significant figures and the automatic rounding and presentation of the final results in a proper format. It seems that, for the moment, this capabilities are only (or almost only) available in some commercial and expensive LIMS (laboratory integrated management system) software [10-12].

4. References

- [1] Bacchi M A, Fernandes E A N. Quantadesign and development of a software package dedicated to k_0 -standardized NAA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2003; 257(3):577-582.
- [2] Landsberger S, Jackman K, Welch L. Neutron activation analysis using Excel files and Canberra Genie-2000. *J. Radional. Nucl. Chem*. 2005; 264(1):235-237.
- [3] Robouch P, Arana G, Eguskiza M, Pommé S, Extebarria N. Uncertainty Budget for k_0 -NAA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2000; 245(1): 95-197.
- [4] Younes N, Robouch P. A Web tool for calculating k_0 -NAA uncertainties. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2003; 257(3):665-667.

- [5] De Corte F. The standardization of standardless NAA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2001; 248(1):13-20.
- [6] Kolotov V P, De Corte F. An electronic database with a compilation of k_0 and related data for NAA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2003; 257(3):501-508.
- [7] De Corte F, Dejaeger M, Hossain F M, Vandenberghe D, De Wispelaere A, Van den Haute P. A performance comparison of k_0 -based ENAA and NAA in the (K, Th, U) radiation dose rate assessment for the luminescence dating of sediments. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2005; 263(3):659-665.
- [8] Montoya E, Cohen I M, Fornaciari Iljadica M C, Bedregal P, Torres B. Un Método para el reondeo y la expresión automática de cifras significativas en resultados experimentales. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2008. [En prensa].
- [9] Baltuano O, Bedregal P, Montoya E. Propuesta técnica para la implementación de una red integrada de control y comunicación de instrumentos analíticos (RICCIA). [Informe Interno]. 2008
- [10] On Line LIMS brochure. 2008 [serie en Internet]. Disponible en http://1.1.1.1/822785512/839338152T090601151124.txt.binXMysM0dapplication/pdfXsysM0dhttp://www.online-lims.com/download/Online_LIMS_Brochure.pdf
- [11] OnWSH LIMS brochure. 2008. [serie en Internet]. Disponible en <http://www.onlabs.co.uk/content/view/44/70/>
- [12] NWA LIMS brochure. 2008. [serie en Internet]. Disponible en <http://www.nwasoft.com/lims.htm>

Experiencias en la aplicación de técnicas químicas sencillas para determinar áreas de actividad en un sitio arqueológico

Paula Olivera*

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El objetivo de este trabajo fue ganar experiencia en la aplicación de técnicas químicas sencillas, en el estudio de pisos de un sitio arqueológico para determinar áreas de actividad. Se analizaron 160 muestras, correspondientes al mismo número de puntos del reticulado de un área habitacional en un sitio arqueológico. Se identificó las concentraciones de carbonatos, fosfatos, pH, residuos proteicos, ácidos grasos y carbohidratos, además de registrar su color Munsell. Basado en los mapas de distribución de cada una de las características se determina la probable actividad desarrollada en el área correspondiente. Adicionalmente, se ha efectuado el análisis de composición de elementos mayores para complementar la información obtenida.

Palabras claves: Sitio arqueológico, Arqueometría, Técnicas químicas

Abstract

The objective of this work was to win experience in the application of simple chemical techniques, in the study of flats of an archaeological place to determine areas of activity. For this work 160 samples were analyzed, pertaining to the same number of points of the reticulate of a housing area in an archaeological place, the concentrations of carbonates, phosphates, pH, protean residues, greasy acids and carbohydrates, were determinate besides registering its color Munsell. In base to the maps of distribution of each one of the characteristics the probable activity developed in the corresponding area is determined. Additionally, the greater elements composition analysis has been performed to complement the information obtained.

Keywords: Archaeological place, Arqueometry, Chemical techniques

1. Introducción

Una investigación arqueológica, en el Perú, generalmente orienta su atención al estudio de los objetos encontrados en la excavación de un sitio arqueológico para comprender formas de vida y patrones de subsistencia; para ello es necesario manejar rastros materiales en cantidades cada vez más pequeñas, es decir a niveles de trazas elementales que los caracterizan y esta información nos da algunos indicios de cómo fue elaborado o si fue un producto originario del lugar o traído, tal vez como parte de un intercambio cultural.

El estudio de los pisos de un lugar arqueológico, aun no se aplica con fuerza en nuestro país, sin embargo es posible, a partir de la determinación de concentraciones de carbonatos, fosfatos, pH, residuos proteicos, residuos grasos, carbohidratos, color, etc.

Conocer el tipo de actividad desarrollado en el lugar, principalmente las relacionadas a las áreas designadas para la preparación y consumo de alimentos, para el almacenamiento de productos alimenticios o para ceremonias rituales y extrapolarlos coherentemente a contextos arqueológicos.

El análisis químico de los pisos para identificar iones y moléculas químicas invisibles, impregnadas en los pisos, representa la escala más pequeña de estudio y permite relacionar la distribución de compuestos químicos orgánicos e inorgánicos con las actividades humanas practicadas en el área en estudio, llevando al investigador a conclusiones acerca del uso que se dio a cada espacio.

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

2. Fundamento teórico

2.1 Fosfatos

Son las sales o los ésteres del ácido fosfórico. Tienen en común un átomo de fósforo rodeado por cuatro átomos de oxígeno en forma tetraédrica. Los fosfatos más comunes son los ortofosfatos. Contienen el anión PO_4^{3-} . Los ortofosfatos se encuentran ampliamente distribuidos en la naturaleza, sobre todo en forma de apatita y forman parte esencial de dientes y huesos.

Se le determina semi-cuantitativamente haciendo reaccionar a una muestra con Molibdato de Amonio obteniendo una coloración amarillenta debido a la formación del fosfomolibdato de Amonio al que se le reduce con una solución de Ácido Ascórbico para formar el azul de molibdeno; la intensidad de color azul es proporcional a la concentración de fosfatos en la muestra, Figura 1.

La presencia de fosfatos en un sitio arqueológico se relaciona con zonas de preparación y consumo de alimentos, a zonas de evacuación (baños) y la presencia de animales.

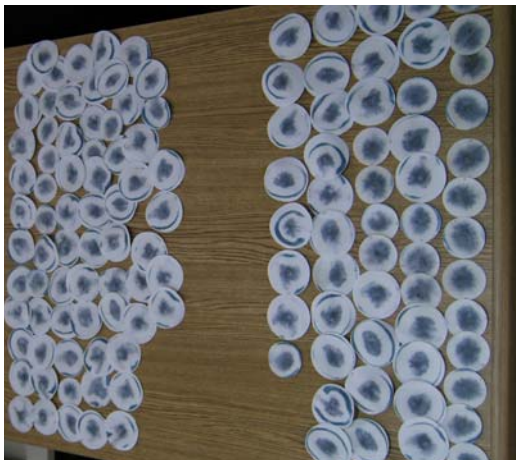


Figura 1. Clasificación de acuerdo con la intensidad de la coloración azul resultante.

2.2 Carbonatos

Son las sales del ácido carbónico o ésteres con el grupo R-O-C(=O)-O-R' . Las sales tienen en común el anión CO_3^{2-} y se derivan del hipotético ácido carbónico H_2CO_3 . Según el pH (la acidez de la disolución) están en

equilibrio con el bicarbonato y el dióxido de carbono.

Al reaccionar una muestra con ácido clorhídrico diluido, si contiene carbonatos, se produce una reacción efervescente, Figura 2, siendo el grado de efervescencia proporcional a la concentración de carbonatos.



La presencia de carbonatos está relacionada directamente a con el material de construcción del piso.



Figura 2. Determinación de carbonatos según el grado de efervescencia.

2.3 pH

Es la concentración de iones hidrógeno, se expresa como:

$$\text{pH} = -\log [\text{H}^+] = \log 1 / (\text{H}^+)$$

El símbolo pH indica el potencial de iones hidrógeno o exponente de hidrógeno. Para su medición se debe preparar una solución con 2 g de muestra en 20 mL de agua destilada, reposada por 20 minutos, se lee en un pHmetro con electrodo combinado.

Se la relaciona con zonas donde hubo calentamiento o combustión se considera un indicativo de la presencia de fogones u hornos (cocina) que se puede corroborar con la presencia de cenizas.

2.4 Carbohidratos

Son los compuestos orgánicos más abundantes de la biosfera y a su vez los más

diversos. Normalmente se los encuentra en las partes estructurales de los vegetales y también en los tejidos animales, como glucosa o glucógeno, responden a la fórmula elemental $C_n(H_2O)_n$ (donde "n" es un entero=1,2,3... según el número de átomos de Carbono), comprenden el azúcar, almidón y celulosa.

Puede ser determinado semicuantitativamente utilizando Resorcinol, $C_6H_4(OH)_2$ en un medio fuertemente ácido de H_2SO_4 .

La intensidad de la coloración marrón de la solución resultante es proporcional a la concentración de carbohidratos en la muestra (Figura 3).

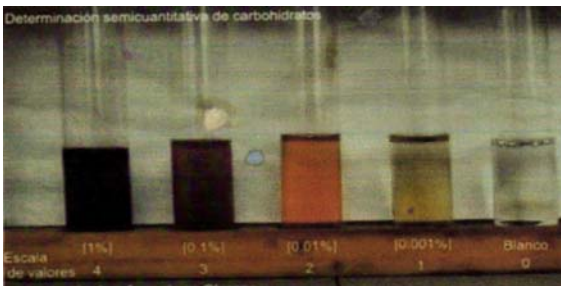


Figura 3. La intensidad de la coloración marrón es proporcional a la concentración de carbohidratos.

Se la relaciona con áreas de almacenamiento de alimentos, áreas de preparación de alimentos si además presenta indicios de calentamiento (pH alto) o áreas de consumo de alimentos (comedor).

2.5 Residuos grasos

Está relacionado con la presencia de grasas o resinas que se derramaron sobre el piso y quedaron impregnadas.



Figura 4. Calentando una muestra para determinar su contenido de grasa

2.6 Color

Es una de las características físicas más obvias del suelo, es fácil de repetir y su empleo es bastante cómodo para identificar y evaluar un suelo, el color puede asociarse a propiedades edáficas tales como, cantidad y distribución de la materia orgánica, extensión de la meteorización mineral, etc. Un color oscuro sugiere una mayor cantidad de materia orgánica que los colores claros. El clasificador Munsell es una excelente herramienta que permite determinar el color.



3. Procedimiento Experimental

3.1 Reticulado y ubicación de puntos de muestreo

Para una investigación completa, es necesario determinar el área de estudio y el reticulado más conveniente en función al objetivo de la investigación, para fijar y nombrar los puntos de muestreo se hace un reticulado Figura 5, En el caso particular que nos ocupa, el área de estudio comprendió uno de 80 x 80 m, los puntos de muestreo fueron fijados en las

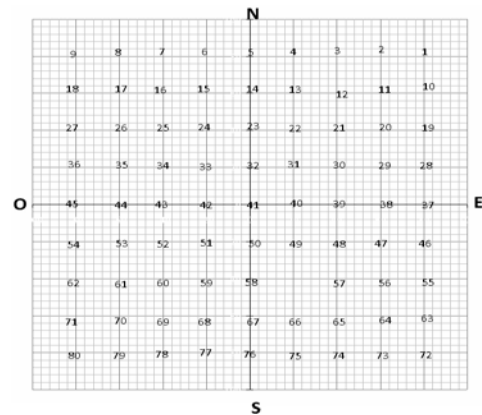


Figura 5. Reticulado y ubicación de puntos de muestreo. Retículas A y B.

intersecciones líneas paralelas trazadas tanto vertical como horizontalmente con 10 m de separación entre ellas.

3.2 Toma de muestras



Figura 6. Ubicación del punto de muestreo y toma de muestra.



Figura 7. Toma de muestra.

3.3 Análisis en el laboratorio

Las muestras habían sido trasladadas al laboratorio de Prospección del IIA, donde se realizó los análisis para la determinación de carbohidratos, Residuos grasos, Residuos proteicos, fosfatos, carbonatos, pH y color.

3.4 Elaboración del mapa de distribución

Se utilizó el Software SURFER Ver.8.00 que permite hacer una distribución en el plano X,

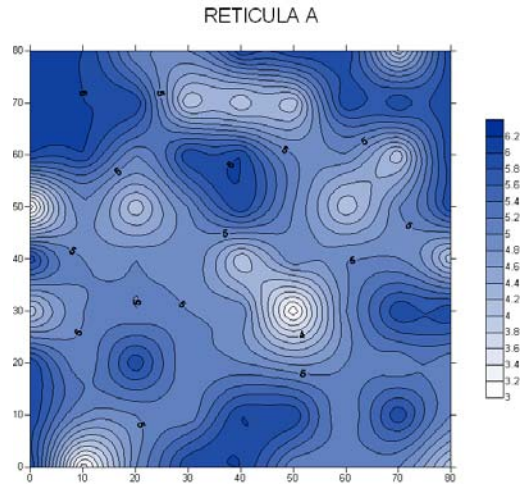
Y de la información obtenida de cada punto de muestreo.

4. Resultados y Discusión

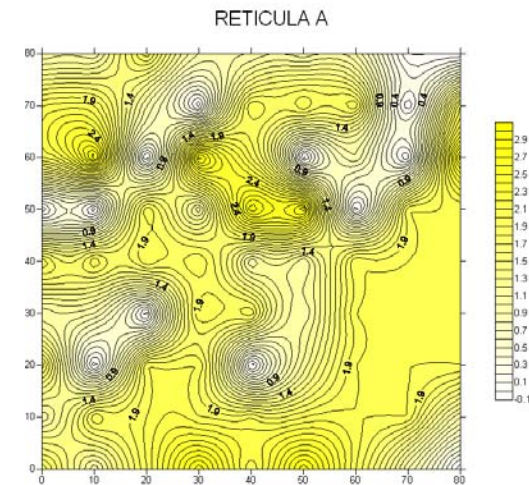
La presencia de fosfatos en un sitio arqueológico se relaciona con zonas de preparación y consumo de alimentos, a zonas de evacuación (baños) y la presencia de animales.

Una gran concertación de carbohidratos se le relaciona con áreas de almacenamiento de alimentos, áreas de preparación de alimentos si además presenta indicios de calentamiento (pH alto) o áreas de consumo de alimentos (comedor).

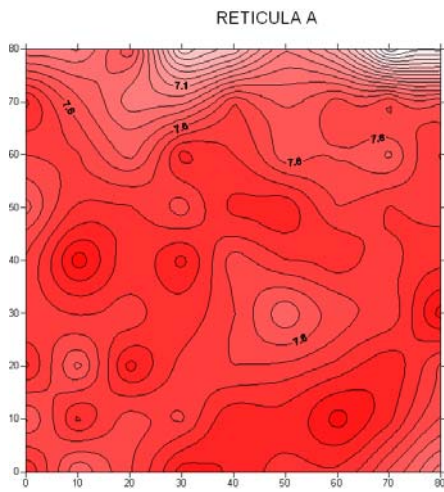
Distribución de Fosfatos



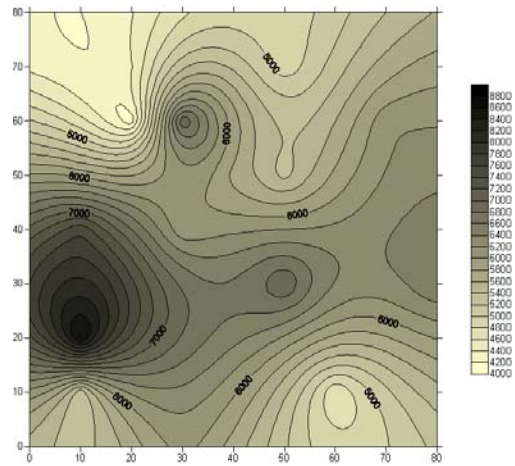
Distribución de Carbonatos



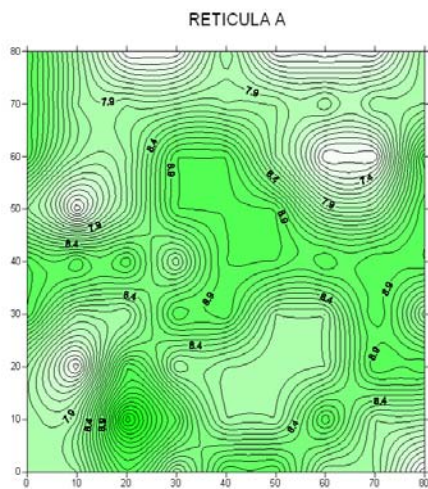
Distribucion del pH



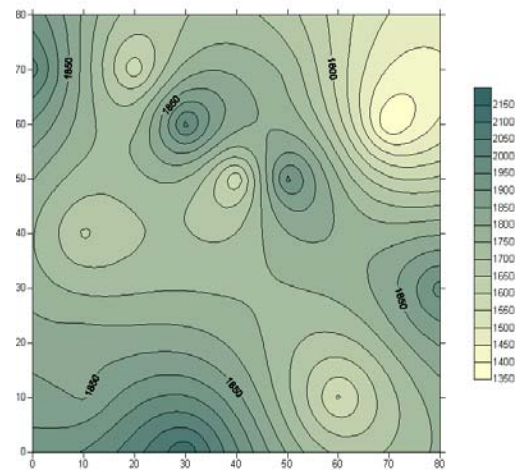
Distribucion del Potasio



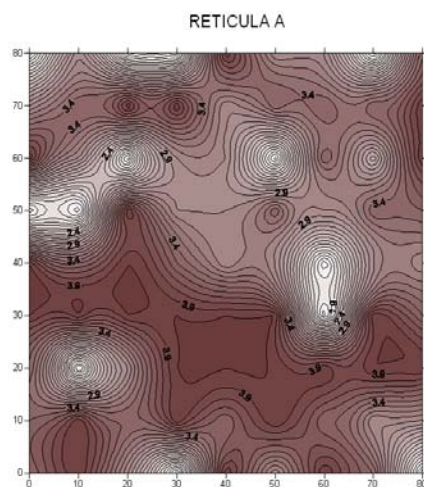
Distribucion de Residuos Proteicos



Distribucion del Titanio



Distribucion de Carbohidratos



Distribucion del Hierro

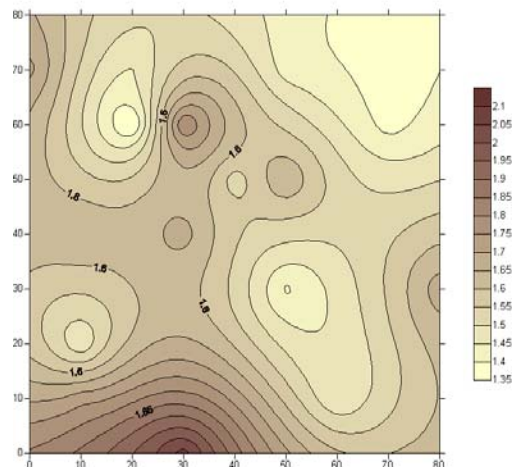


Figura 8. Muestras en el Laboratorio Químico.

Un color oscuro sugiere una mayor cantidad de materia orgánica que los colores claros.

La ausencia o muy bajos niveles de K en un área, puede indicarnos que fue utilizada para actividades en las que no se incluyen alimentos.

Altas concentraciones de K, Mn y P pueden indicarnos áreas de preparación de alimentos, especialmente en los fogones.

Concentraciones elevadas del P y K pueden ser indicativas de depósitos de basura, o zonas de almacenamiento de alimentos, según la ubicación del área en estudio, con respecto al sitio arqueológico en su totalidad.

Altas concentraciones de aluminio, hierro y magnesio en un área pueden indicarnos que fue destinada al consumo de alimentos.

De acuerdo con los resultados de los análisis químico y los mapas de distribución conjuntamente con el análisis arquitectónico del sitio, se pueden vincular a áreas de actividad doméstica, ceremonial o de ritos fúnebres.

5. Conclusiones

El trabajo reportado demuestra que la investigación arqueológica apoyada en técnicas químicas sencillas, junto a las consideraciones de la distribución de artefactos e información asociada y procesos de formación en el registro arqueológico, puede proporcionar información importante con respecto a las actividades desarrolladas en el piso de un sitio arqueológico.

Las técnicas químicas aplicadas al estudio de sitios arqueológicos amplían el conjunto de herramientas que hasta ahora se aplican en las investigaciones en la arqueología peruana; estas técnicas químicas sencillas podrán ser desarrolladas y aplicadas a contextos arqueológicos específicos dando la apertura de un nuevo campo en la investigación arqueológica en nuestro país. Se puede considerar que estas aplicaciones químicas en los estudios de materiales arqueológicos serán el primer aporte de la química básica al estudio de contextos domésticos como estudio de áreas de actividad, uso de objetos y a la prospección de sitios arqueológicos, aplicaciones que se dan ampliamente en muchos países desarrolladas.

6. Agradecimientos

Al Organismo Internacional de Energía Atómica por haber financiado nuestra capacitación en el marco del Proyecto de Asistencia Técnica “Aplicación de técnicas nucleares para el análisis, conservación y datación de materiales arqueológicos del patrimonio cultural peruano” PER/2/013.

Al Instituto de Investigaciones Antropológicas - IIA, de la Universidad Nacional Autónoma de México - UNAM. por la oportunidad brindada para nuestra participación en los trabajos de investigación vigentes.

Al Dr. Luis Alberto Barba Pingarron, Secretario Académico del IIA, al Maestro Agustín Ortiz Butrón, Secretario Técnico y al Ing. Jorge Blancas, investigadores del Instituto de Investigaciones Antropológicas, por haber compartido sus conocimientos y gran experiencia en el campo de la arqueometría.

7. Bibliografía

- [1]. Barba LA. Radiografía de un sitio arqueológico. 1. Edición. IIA, UNAM. México, 1990.
- [2]. Manzanilla L, Barba L A. La arqueología: Una visión científica del pasado del hombre. Fondo de Cultura Económica, México, 1994.
- [3]. Cañabate Guerrero ML. Sánchez Vizcaíno A. Análisis de indicadores bioquímicos del contenido de recipientes arqueológicos. *Complutum*. 1995; 6:281-291.
- [4]. Barba L, Ortiz A. Análisis químico de pisos de ocupación: Un caso etnográfico en Tlaxcala, México. *Latin American Antiquity*. 1992; 3:63-82.
- [5]. Wells E C. La arqueología y las lecturas químicas de las actividades rituales en la Plaza Monumental del sitio El Coyote, Santa Bárbara, Honduras. En: XVI Simposio de Investigaciones Arqueológicas en Guatemala, 2002 (editado por J.P. Laporte, B. Arroyo, H. Escobedo y H. Mejía), pp.918-930. Museo Nacional de Arqueología y Etnología, Guatemala. 2003.

II. Ciencia de los Materiales

Síntesis radiolítica y actividad antimicrobiana de hidrogeles de alcohol polivinílico conteniendo nanopartículas de plata

Julieta Cabrera¹, Kety León², Julio Santiago^{2,3,*}

¹ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru S/N, Lima 25, Perú

² Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se ha preparado hidrogeles de alcohol polivinílico (PVA) conteniendo nanopartículas de plata por impregnación de una solución de AgNO_3 en hidrogeles de PVA y posterior reducción de los iones Ag^+ inducida por radiación gamma. Los espectros UV-Visible de las películas mostraron las bandas de absorción del plasmón superficial en 410 nm. Los hidrogeles de PVA/Ag mostraron tener excelente actividad frente a *S. aureus* y *P. aeruginosa*, mostrando tener potencial para ser aplicadas como apósitos de heridas.

Abstract

Polyvinyl alcohol (PVA) hydrogels containing silver nanoparticles have been prepared by impregnation of PVA hydrogels in AgNO_3 solution and subsequent reduction of Ag^+ ions induced by gamma radiation. UV-Visible spectra showed the absorption bands of the surface plasmon at 410 nm. The hydrogels of PVA/Ag have shown excellent activity against *S. aureus* and *P. aeruginosa* and have potential for use as wound dressings.

1. Introducción

Los materiales compuestos nanoestructurados hidrogel-nanopartículas metálicas son materiales promisorios que están siendo ampliamente estudiados en virtud a las interesantes propiedades de los hidrogeles combinadas con las propiedades que poseen las nanopartículas debido al tamaño cuantizado. En el caso de los metales nobles, las propiedades electromagnéticas, ópticas, catalíticas y antimicrobianas son altamente influenciadas por el tamaño y forma de las nanopartículas [1-4]. Así mismo, se sabe que la plata presenta mejores propiedades que otros metales en cuanto a propiedades eléctricas, ópticas y efecto antimicrobiano [5]. Por su parte, El PVA es ampliamente utilizado para la formación de hidrogeles y en la preparación de nanocompuestos debido a su fácil procesabilidad, alta densidad óptica y biocompatibilidad [6,7].

En tal sentido, las redes tridimensionales de los hidrogeles ofrecen un enorme espacio libre entre las cadenas entrecruzadas cuando se encuentran en el estado hinchado; estos espacios servirían como nanoreactores para

generar nanopartículas ofreciendo una plataforma para la nucleación y crecimiento de nanocristales los cuales eventualmente conducirían a la formación de las nanopartículas [8].

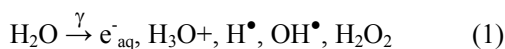
Estos materiales tienen potencial para ser aplicados en diversos campos de la bioingeniería como sistemas de purificación de aguas y otros; sin embargo, su aplicación más prometedora estaría en el campo de la medicina como apósitos de heridas [9], recubrimientos antibacterianos [10] y biosensores [11].

Las nanopartículas de plata son obtenidas generalmente por reducción química [4-8], pero para aplicaciones biomédicas, la síntesis radiolítica, empleando radiación gamma, es la más promisoriosa ya que no implica el uso de solventes orgánicos u otros reactivos tóxicos.

En los procesos de síntesis inducidos por radiación gamma, dado que los sistemas se encuentran principalmente en medios

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

acuoso, el entrecruzamiento de los polímeros así como la reducción de los iones Ag^+ a Ag^0 se lleva a cabo vía la interacción con las especies reactivas generadas como consecuencia de la radiólisis del agua, ecuación 1. Los radicales hidroxilos son las principales especies de transferir reactividad desde el agua hacia la cadena polimérica. Estos extraen átomos de hidrógeno de las macromoléculas, formando así radicales poliméricos que posteriormente se recombinan para formar la red tridimensional del hidrogel [12]. Mientras que la reducción de los iones Ag^+ se realiza por interacción con los electrones solvatados, e^-_{aq} , de acuerdo con la ecuación 2. Los átomos metálicos se unen formando partículas que coalescen para formar aglomerados, ecuación 3 [13-15].



En este trabajo se presenta la preparación de hidrogeles de PVA conteniendo nanopartículas de plata obtenidos por impregnación de las matrices poliméricas en una solución de AgNO_3 , y posterior reducción de los iones Ag^+ inducida por irradiación gamma. Igualmente se presenta la actividad antibacteriana para evaluar su potencial uso como apósitos para el tratamiento de quemaduras o lesiones graves a la piel.

2. Experimental

2.1 Síntesis radiolítica del hidrogel de PVA conteniendo nanopartículas de plata

El hidrogel de PVA (130 kDa, Sigma Aldrich) se obtuvo irradiando, a 25 kGy a una tasa de dosis constante de 8 kGy/h, una solución acuosa de PVA al 8 % p/v, la cual fue previamente envasada en recipientes de poliestireno y burbujeadada por aproximadamente 5 minutos con nitrógeno para eliminar el oxígeno presente.

El hidrogel de PVA fue secado a temperatura ambiente y luego fueron sumergidas, a temperatura ambiente durante 24 horas, en soluciones acuosas de AgNO_3 . Posteriormente, las películas impregnadas con la sal precursora fueron enjuagadas con

agua destilada e irradiadas a 15 kGy. Las concentraciones de AgNO_3 variaron entre 2×10^{-4} y 2×10^{-2} M.

2.2 Caracterización de los nanocompuestos Hidrogel/Ag

Las propiedades ópticas del nanocompuesto hidrogel/Ag fueron evaluadas por espectroscopia UV-Vis utilizando el equipo Biochrom Libra S22. Los espectros fueron obtenidos ubicando las películas directamente sobre el haz.

2.3 Evaluación de la actividad antibacteriana de los nanocompuestos Hidrogel/Ag

Las pruebas se realizaron siguiendo los estándares de la NCCLS. Para la preparación del inóculo se cultivó los respectivos microorganismos sobre agar casoy en plano inclinado. Se inoculó de 3 a 5 colonias sobre caldo casoy, se homogenizó y se diluyó el cultivo hasta obtener una concentración de 10^8 UFC/ml. Para la preparación de las placas de cultivo, se incubaron las placas con agar Muller Hinton por 24 horas. Sobre las placas, se sembró el inóculo de un microorganismo. En estas placas sembradas, se colocaron las películas de PVA/Ag. Finalmente, se dejó incubar a 37 °C por 24 horas. Luego de la incubación se procedió a realizar las lecturas correspondientes, midiendo con la ayuda de un vernier el tamaño de los halos de inhibición. Las bacterias estudiadas fueron *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 y *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853.

3. Resultados y Discusión

Los nanocompuestos obtenidos al irradiar películas de PVA impregnadas en soluciones acuosas de AgNO_3 mostraron coloraciones amarillentas, indicando la reducción de la plata, cuya intensidad varía en función de la concentración de AgNO_3 empleada, Figura 1. Los nanocompuestos así obtenidos fueron de fácil manipulación y mecánicamente estables (pruebas cualitativas). Este método permite la incorporación de mayores concentraciones de plata.

Los análisis por espectroscopia UV-Vis para los nanocompuestos hidrogel/Ag obtenidos por este método mostraron las bandas correspondientes a la resonancia del plasmón superficial, característico de las

nanopartículas de plata alrededor de 410 nm, Figura 2.

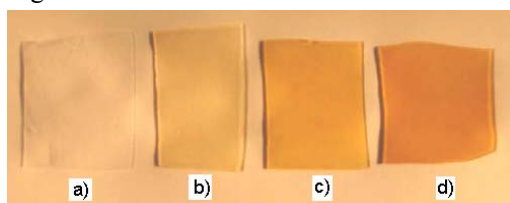


Figura 1. Hidrogel de PVA (a) y nanocompuestos PVA/Ag obtenidos a partir del hinchamiento de películas de PVA en soluciones acuosas de AgNO_3 2×10^{-4} (b), 2×10^{-3} (c) y 2×10^{-2} M (d).

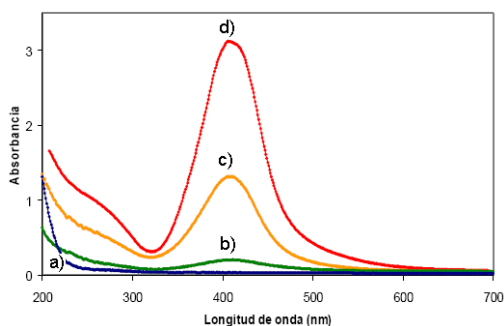


Figura 2. Espectros UV-Visible del hidrogel PVA (a) y nanocompuestos PVA/Ag obtenidos a partir del hinchamiento de películas de PVA en soluciones acuosas de AgNO_3 2×10^{-4} (b), 2×10^{-3} (c) y 2×10^{-2} M (d).

3.1 Evaluación de la actividad antibacteriana

La actividad antibacteriana de los nanocompuestos hidrogel/Ag fue evaluada principalmente en función de la concentración del precursor de plata (AgNO_3). Las películas fueron directamente evaluadas, tal y cual se obtuvieron después de la irradiación.

En la Figura 3 se muestra la actividad antibacteriana del hidrogel de PVA, el cual se utilizó como blanco, frente a la bacteria gram positiva, *S. aureus*, y gram negativa, *P. aeruginosa*. En ambos casos no se observó formación de halos de inhibición del crecimiento bacteriano. En cambio, se observó crecimiento en la zona de contacto del hidrogel con el medio de cultivo frente a *S. aureus* mientras que presenta una zona transparente frente a *P. aeruginosa*.

En contraste, la totalidad de los hidrogel con plata presentan zonas transparentes en la zona de contacto frente a ambas bacterias, lo cual indica la inhibición del crecimiento bacteriano, Figura 4. Así mismo, se han

observado halos de inhibición, tabla 1, para los nanocompuestos obtenidos con mayor concentración de AgNO_3 . Para los otros casos los halos fueron mínimos, lo cual demuestra la dependencia de la actividad antibacteriana con la concentración de plata.

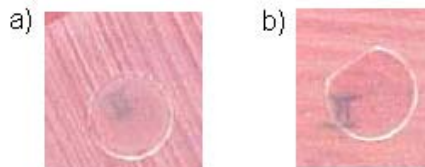


Figura 3. Actividad antibacteriana de hidrogel de PVA frente a a) *S. aureus* y b) *P. aeruginosa*.

PVA/ AgNO_3 (M)	<i>S. aureus</i>	<i>P. aeruginosa</i>
2×10^{-4}		
2×10^{-3}		
2×10^{-2}		

Figura 4. Actividad antibacteriana de los nanocompuestos PVA/Ag obtenidos con diferentes concentraciones de AgNO_3 frente a *S. aureus* y *P. aeruginosa*.

Tabla 1. Medidas de los halos de inhibición (en mm) de la actividad antibacteriana de los nanocompuestos PVA/Ag en forma de discos de 7 mm de diámetro.

	PVA/ AgNO_3 (M)		
	2×10^{-4}	2×10^{-3}	2×10^{-2}
<i>S. aureus</i>	NH*	10	16
<i>P. aeruginosa</i>	NH*	11	15

* No se observó ningún halo.

Los resultados obtenidos con nuestros hidrogel son comparables con los obtenidos con hidrogel de poli(acrilamido-ácido acrílico) conteniendo

nanopartículas de plata, los que mostraron actividad antimicrobiana frente a *E. coli*. [9].

4. Conclusiones

Se han obtenido hidrogeles PVA conteniendo nanopartículas de Ag por reducción de los iones Ag(I) inducidos por radiación gamma. Se obtuvieron hidrogeles de PVA/Ag bastante estables y con concentraciones de plata variables. La actividad antibacteriana de estas películas es fuertemente influenciada por la concentración de plata. En contraste, los hidrogeles sin plata presentaron crecimiento bacteriano en la zona de contacto frente a *S. aureus*.

5. Agradecimientos

A los Ing. M. Linares y Lic. J. Vargas por su apoyo con la irradiación gamma de las películas.

6. Bibliografía

- [1] Liz-Marzan L. Nanometals: Formation and color. *Materials Today*. 2004; 7: 26-31.
- [2] Mulvaney P. Surface Plasmon Spectroscopy of Nanosized Metal Particles. *Langmuir*. 1996; 12:788-800.
- [3] Burda C, Chen X, Narayanan R, El-Sayed M. Chemistry and properties of nanocrystals of different shapes. *Chemical reviews*. 2005, 105: 1025-1102.
- [4] Elechiguerra J, Burt J, Yacaman M. Interaction of silver nanoparticles with HIV-I. *Journal of Nanobiotechnology*. 2005; 3: 1-10.
- [5] Zhang Z, Zhang L, Wang S, Chen W, Lei Y. A convenient route to polyacrylonitrile/silver nanoparticle composite by simultaneous polymerization-reduction approach. *Polymer*. 2001; 42: 8315-8318.
- [6] Tadd E, Zeno A, Zubris M, Dan N, Tannenbaum R. Adsorption and polymer film formation on metal nanoclusters. *Macromolecules*. 2003; 36(17): 6497-502.
- [7] Li Y, Neoh KG, Kang E. Poly(vinyl alcohol) hydrogel fixation on poly(ethylene terephthalate) surface for biomedical application. *Polymer*. 2004; 45(26): 8779-89.
- [8] Thomas D, Yallapu M, Sreedarh B, Bajpai S. A versatile strategy to fabricate hydrogel silver nanocomposites and investigation of their antimicrobial activity. *Journal of Colloid and Interface Science*. 2005; 315: 389-395.
- [9] Yu H, Xu X, Chen X, Ly T, Zhang P, Jing X. Preparation and antibacterial effects of PVA-PVP hydrogels containing silver nanoparticles, *Journal of Applied Polymer Science*. 103; 2007: 125-133.
- [10] Oh S, Byun B, Lee S, Choi S, Radiolytic Synthesis of Ag-Loaded Polystyrene(Ag-PS) Nanoparticles and their Antimicrobial Efficiency Against *Staphylococcus aureus* and *Klebsiella pneumoniae*, *Macromolecular Research*. 2007; 15: 285-290.
- [11] Endo T, Ikeda R, Yanagida Y, Hatsuzawa T. Stimuli responsive hydrogel-silver nanoparticles composite for development of localized surface plasmon resonance-based optical biosensor. *Analytica chimica acta*. 2008; 611: 205-211.
- [12] Rosiak J. OIEA Report, Radiation Formation of Hydrogels for Biomedical Application.[serie en Internet]. Disponible en URL: http://www.mitr.p.lodz.pl/biomat/raport/1_radiation_hydrogels.html
- [13] Temgire M, Joshi S, Optical and structural studies of silver nanoparticles, *Radiation and Physic Chemistry*. 2004; 71: 1039-1044.
- [14] Li T, Park H, Choi S. γ -Irradiation-induced preparation of Ag and Au nanoparticles and their characterizations, *Materials Chemistry and Physics*. 2005; 105: 325-330.
- [15] Doudna C, Bertino M, Pillalamarri S, Blum F, Tokuhira A, Chattopadhyay S, Terry J. Radiolytic Synthesis of Bimetallic Nanoparticles with High Aspect Ratio, *Materials Research Society Symposium Proceedings*. 2003. 740, I11.2.

Transformaciones estructurales en las nanopartículas de plata durante el enfriamiento ultrarápido

Justo Rojas^{1,2,*}, Modesto Montoya¹, Iván Lobato¹

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear. División de Materiales, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Ciencias Físicas.
Av. Venezuela s/n, Lima 14, Perú

Resumen

Mediante la simulación con el método de dinámica molecular se estudia las transformaciones estructurales que sufren las nanopartículas de plata durante los procesos de enfriamiento ultrarápido. La interacción entre los átomos de Ag se modeliza mediante el potencial semiempírico tight-binding. La nanopartícula simulada, de forma aproximadamente esférica, consta de 2057 átomos ubicados dentro de una caja cúbica de volumen constante. El análisis de los cambios estructurales en las distintas etapas del enfriamiento se realiza mediante la función de correlación par y la técnica de análisis de pares vecinos comunes, caracterizado por 4 índices. Se muestra que las nanopartículas adquieren diferentes estructuras dependiendo de la velocidad de enfriamiento. A la tasa de enfriamiento de $1,6 \times 10^{13}$ K/s la nanopartícula conserva la estructura amorfa, donde predominan los pares 1551 que son característicos de estructuras icosaedrales. Mientras que a una tasa de $1,6 \times 10^{12}$ K/s la nanopartícula se cristaliza, donde se detectan abundantes pares de tipo 1421, representando a la estructura cúbica centrada en las caras. Además, se muestra que la estructura de las nanopartículas de plata a 300 K son sensibles a la temperatura a la cual se realiza el enfriamiento, lo cual es importante desde el punto de vista tecnológico.

Abstract

The structural evolution and dynamical properties of silver nanodrops during ultra-rapid cooling conditions has been studied by means of molecular dynamics simulation. The interaction of silver atoms is modeled by a semiempirical Tight-binding interatomic potential. Spherical nanoparticle containing 2057 atoms has been simulated in a cubic box with constant dimensions. The pair correlation functions and the pair analysis technique are applied to reveal the structural transition in the process of solidification. It is shown that Ag nanoparticles evolve into a different nanostructure under different cooling process. At a cooling rate of $1,5 \times 10^{13}$ K/s the nanoparticles preserve amorphous like structure and contains a lot of 1551 and 1541 pairs, corresponding to icosahedral symmetry. While at lower rate of $1,5 \times 10^{12}$ K/s the nanoparticles transform into a crystal-like structure, consisting mainly of 1421 and 1422 pairs corresponding to a fcc and hcp structure, respectively. In addition, it shows that the structure of silver nanoparticles at 300 K are sensitive to temperature at which is cooling, which is important from a technological point of view.

1. Introducción

La investigación en el área de las nanopartículas y nanoestructuras es la base para el desarrollo de la nanotecnología que permita el dominio de la modificación de las propiedades de los sólidos mediante los cambios en su estructura atómica y electrónica [1,2]. Las nanopartículas de plata son particularmente interesantes debido a sus aplicaciones potenciales en diversos campos, que van desde la electrónica y medicina hasta la industria de artefactos domésticos [3]. Con

la finalidad de comprender la estructura final de las nanopartículas metálicas, obtenidas a partir de la fase líquida, es importante investigar su evolución estructural durante la solidificación bajo diferentes condiciones. La principal característica de los nanomateriales es la fuerte dependencia de sus propiedades del tamaño de las nanopartículas. Por otra parte, mientras que en los materiales continuos de estructura, como por ejemplo FCC, la formación de otras estructuras es suprimida por consideraciones

* Correspondencia autor: jrojas@ipen.gob.pe

cinéticas, las nanopartículas de estos materiales presentan diferentes modificaciones estructurales tales como icosaedrales, decaedrales, amorfos y con una gran variedad de propiedades físicas y químicas [2,4,5].

El método de Dinámica molecular (MD) es uno de los más eficaces en la investigación de las propiedades de las nanopartículas a nivel atómico, la cual es difícil de llevar a cabo experimentalmente. El método de DM ha sido utilizado para estudiar los cambios estructurales durante el enfriamiento de las nanopartículas de oro [6-9], mientras que para el caso de plata hay menos trabajos. Atis *et al.* [10] han estudiado las estructuras más estables y procesos de fusión de pequeños clusters de plata. Baletto *et al.* [11] analizaron la estructura en equilibrio y procesos de fusión de ciertas nanopartículas de los llamados números mágicos, llegando a la conclusión que para clusters relativamente grandes el poliedro de tipo FCC es la más estable. Sin embargo, de acuerdo con los resultados experimentales de Reinhard *et al.* [12], ambas estructuras tanto icosaedrales como FCC fueron observadas en los clusters grandes y libres de Ag(hasta a 10 nm en diámetro) se han producido en la fuente de agregación en medio inerte. Sin embargo, los detalles de la estabilidad térmica, temperatura de fusión y solidificación para los sistemas en nanoescala fuera de equilibrio todavía no están del todo claros.

En este trabajo, mediante el método DM, se investiga las transiciones estructurales de las nanopartículas de plata durante el enfriamiento rápido con diferentes velocidades.

2. Modelo y simulación

2.1 Potencial de interacción

La simulación del comportamiento de las nanopartículas de Ag se realiza mediante DM utilizando el potencial de interacción Tight-Binding desarrollado por Cleri y Rosato [13]. En esta aproximación, la energía de banda del átomo i en una posición dada se define como,

$$E_i^{band} = -\left\{ \sum_{j, r_{ij} \leq r_c} \xi^2 \exp\left[-2q\left(\frac{r_{ij}}{r_0} - 1\right)\right] \right\}^{1/2},$$

donde ξ , q son parámetros de ajuste, r_{ij} es la distancia entre los átomos i y j , r_c el radio de corte de interacción, r_0 la distancia a los primeros vecinos.

La energía de este átomo se representa como la suma de dos términos

$$E_{tot} = \sum_i (E_i^{band} + E_i^{rep})$$

El segundo término en la ecuación (1) es la parte de la energía repulsiva de tipo

$$E_i^{rep} = \sum_{j, r_{ij} \leq r_c} A \exp\left[-p\left(\frac{r_{ij}}{r_0} - 1\right)\right],$$

Los parámetros del modelo han sido hallados mediante el ajuste de las propiedades del metal continuo. La distancia de corte se tomó entre la segunda y tercera esferas de coordinación. Los valores de los parámetros usados se han tomado de [13]; es decir, $\xi=1.178$, $A=0.1028$, $p=10.928$, $q=3.139$.

2.2 Proceso de simulación

La simulación de la nanopartícula de plata que consta de $N=2057$ átomos se lleva a cabo dentro de una celda cúbica de dimensiones constantes. La nanopartícula de forma esférica tiene la superficie libre y ocupa un espacio mucho menor que la celda. La solución numérica de las ecuaciones de movimiento se lleva a cabo usando el algoritmo de Verlet con un paso de integración de $6,4 \times 10^{-15}$ s. La nanopartícula fue preparada mediante el corte de una región esférica de un cristal FCC grande.

Inicialmente, la nanopartícula se equilibra en el estado líquido a 1500 K durante 10^5 pasos de integración. Luego, a partir de la configuración de equilibrio se enfría la nanogota de plata con dos velocidades diferentes hasta la temperatura ambiente (300 K). En el primer proceso (proceso k1) de enfriamiento la velocidad es de $k1=1,5 \times 10^{12}$ K/s y en el segundo caso con velocidad $k2=1,5 \times 10^{13}$ K/s.

Durante el proceso de enfriamiento se guardan las energías y posiciones de todos los átomos cada 10 K, con la finalidad del procesamiento posterior.

2.3 Análisis de la estructura

Función de correlación par. La función de correlación par $g(r)$ es ampliamente usada para la caracterización de la estructura atómica de los líquidos, amorfos y cristales. Esta magnitud se define como mediante [14],

$$g(r) = \frac{\langle n_i(r, r + \Delta r) \rangle}{\rho^2 4\pi r^2 \Delta r}$$

donde ρ es la densidad atómica (N/V), y la expresión entre los símbolos $\langle \rangle$ representa el número promedio de átomos en el cascarón esférico, limitado por los radios r y $r+\Delta r$, alrededor de un átomo.

Técnica de análisis de pares comunes. Utilizamos la técnica de análisis de pares introducido por Honeycutt y Anderson [15], la cual es una herramienta muy útil para el análisis detallado de la configuración de la vecindad de cualquier par de átomos. La configuración local alrededor de un par de átomos es caracterizado mediante el conjunto de 4 números $(i j k l)$. El primer índice igual a uno indica que dos átomos analizados son vecinos próximos, situados a una distancia menor que la distancia de corte r_c . En caso contrario, el primer índice es 2. En el presente trabajo esta distancia es igual a 0,3491 nm. El segundo índice j es el número de vecinos comunes al par considerado, y el tercer índice representa el número de enlaces entre los vecinos comunes. El cuarto índice se añade para asegurar una correspondencia única entre los números y el diagrama.

Por ejemplo, el conjunto 1551 caracteriza los pares con estructura local similar a la icosaedra, mientras que los pares 1421 y 1422 representan estructuras locales de tipo FCC y HCP respectivamente. Los sistemas icosaedra y FCC con defectos estructurales son caracterizados por los pares 1541 y 1431, respectivamente.

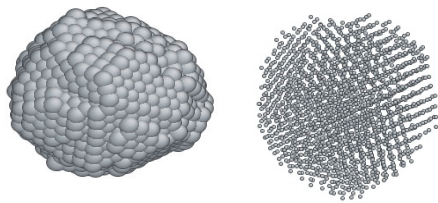


Figura 1. Captura de la imagen de la nanopartícula de plata a 300 K, obtenida con velocidad de enfriamiento $k_1=1,5 \times 10^{12}$ K/s.

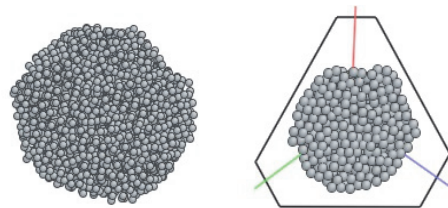


Figura 2. Captura de la imagen de la nanopartícula de plata a 300 K, obtenida con velocidad de enfriamiento $k_2=1,5 \times 10^{13}$ K/s.

3. Resultados y Discusión

Inicialmente el sistema de 2057 átomos se encuentra en estado líquido formando una nanogota. Como resultado del enfriamiento rápido la nanogota sobre enfriada solidifica en diferentes estructuras dependiendo de la velocidad de enfriamiento, como se puede apreciar cualitativamente en las Figuras 1 y 2. Cuando se enfría con velocidad relativamente lenta $k_1 = 1,5 \times 10^{12}$ K/s, la estructura final a 300 K es cristalina formada por varios granos y claramente facetada (Figura 1). Durante el proceso más rápido con velocidad $k_2=1,5 \times 10^{13}$ K/s la estructura del sólido inmediatamente luego del enfriamiento es amorfa, es decir los átomos están distribuidas prácticamente al azar. En este proceso la velocidad es tan alta que la nucleación de la fase de equilibrio FCC resulta desfavorecida.

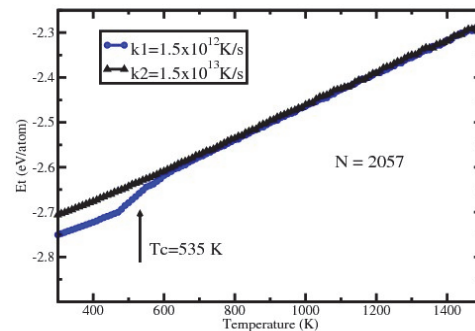


Figura 3. Variación de la energía interna de la nanopartícula de plata con respecto a la temperatura correspondientes a 2 velocidades de enfriamiento: $k_1=1,5 \times 10^{12}$ K/s y $k_2=1,5 \times 10^{13}$ K/s.

En la Figura 3 se muestra la variación de la energía interna, E_t , como función de la temperatura. En el caso de enfriamiento con velocidad de $1,5 \times 10^{12}$ K/s, se nota claramente que la energía interna sufre una caída brusca en el intervalo de temperatura entre 600 K y 500 K. La transformación del líquido a cristal ocurre en un intervalo bastante grande de temperatura (650 K-400 K). La temperatura de transición es aproximadamente 535 K.

Por el contrario, a una velocidad de enfriamiento de $1,5 \times 10^{13}$ K/s, la curva calórica $E_t(T)$ no tiene inflexión en toda la región de temperaturas. El cambio continuo de la curva indica que el sistema no sufre cambios estructurales, y en el estado sobrenfriado se obtiene una estructura amorfa. La razón de esto es que la alta velocidad de enfriamiento limita la difusión atómica. El nano vidrio metálico de plata

obtenido de esta forma es altamente inestable. Durante la relajación a temperatura ambiente sufre una o más transformaciones hasta la cristalización.

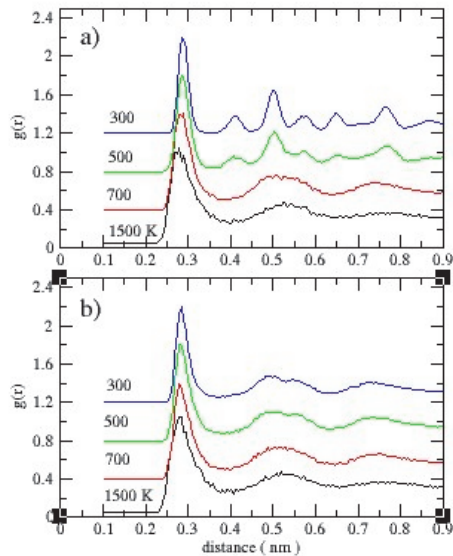


Figura 4. Las funciones de correlación par de la nanopartícula de plata correspondientes a temperaturas 300, 500, 700 y 1500 K. a) velocidad de enfriamiento $1,5 \times 10^{12}$ K/s, b) $1,5 \times 10^{13}$ K/s.

Los cambios en la distribución atómica de la nanopartícula durante el proceso de enfriamiento están contenidos en las FCP. La Figura 4 muestra la variación de las FCP de las nanopartículas de Ag a diferentes temperaturas para los dos procesos de enfriamiento. Se aprecia que el comportamiento de las FCP es idéntico para ambos procesos k1 y k2 en el intervalo de temperatura desde 1500 K hasta 600 K, y revelan la típica característica de los líquidos amorfos con ordenación local.

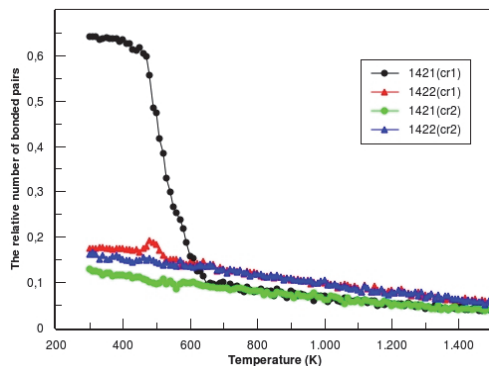


Figura 5. Variación con la temperatura de los índices 1421 y 1422. cr1 corresponde a la velocidad de enfriamiento $1,5 \times 10^{12}$ K/s mientras que cr2 a $1,5 \times 10^{13}$ K/s.

Este comportamiento también se observa de la Figura 3 en el intervalo de temperatura mencionada. Para el caso del proceso k2 la estructura amorfa de la nanopartícula se conserva hasta la temperatura ambiente. A medida que la temperatura decrece se nota claramente el desdoblamiento del segundo pico en la FCP, el cual es característico para la estructura amorfa {Hui2002}. Por otro lado, las FCP de la nanopartícula enfriado con velocidad $1,5 \times 10^{12}$ K/s, debajo de la temperatura de 500 K muestra la estructura típica de un cristal de estructura FCC.

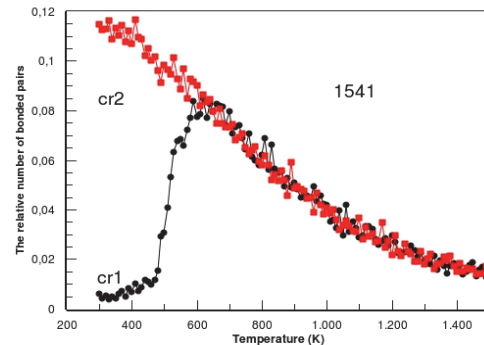


Figura 6. Variación con la temperatura de los pares 1541 en la nanopartícula durante el enfriamiento. cr1 y cr2 corresponden a velocidades de enfriamiento $1,5 \times 10^{12}$ K/s y $1,5 \times 10^{13}$ K/s, respectivamente.

Como se mencionó anteriormente, una información más detallada acerca de la distribución atómica local se obtiene mediante la técnica de análisis de pares vecinos comunes. Las Figuras 5 y 7 muestran la variación con la temperatura del número relativo de algunos pares vecinos principales. Las cantidades están normalizadas de tal manera que el número total de pares con el índice $i = 1$ sea igual a la unidad. Con la disminución de la temperatura en el rango de 1500 K a 650 K los cambios estructurales no se observan, para ambos procesos k1 y k2. En este rango de temperatura el número de pares principales aumentan lentamente y de una forma semejante. Sin embargo, a la temperatura aproximada de 625 K las nanopartículas, enfriadas con velocidad $1,5 \times 10^{12}$ K/s, sufren cambios estructurales drásticos. El número de pares 1421 aumenta de 10 a 60 % cuando la temperatura disminuye de 625 K a 500 K. Es decir, a temperatura 300 K la estructura de la nanopartícula solidificada consta de regiones cristalinas de simetría cubica centrada en las caras. En la Figura 5 se puede apreciar que las estructuras locales de tipo HCP,

caracterizados con los índices 1422 (triángulos rojos y azules) tienen casi el mismo comportamiento (crecen lentamente) para ambos procesos de enfriamiento. La única diferencia ocurre alrededor de 490 K, donde en el caso del proceso k1 el número de pares 1422 empieza a crecer rápidamente pero luego cae nuevamente.

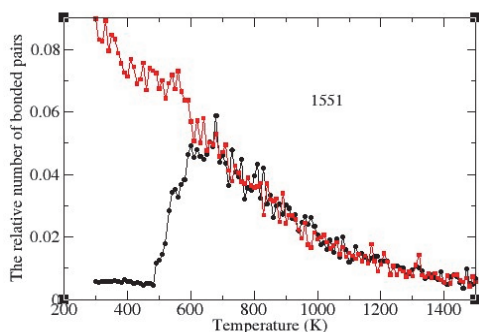


Figura 7. Variación con la temperatura de los pares 1551 en la nanopartícula durante el enfriamiento. Los círculos negros corresponden al proceso k1, mientras que los cuadrados rojos al proceso k2.

Por otro lado los pares vecinos 1541 y 1551 aumentan de una manera similar en ambos procesos cuando la temperatura disminuye de 1500 K a 625 K. Luego, debajo de esta temperatura la abundancia de los pares 1541 y 1551 durante el proceso relativamente más lento, k1 empiezan a disminuir rápidamente, mientras que en el proceso k2, la población de estos pares continúan creciendo. Es decir, en el sistema enfriado con velocidad $1,5 \times 10^{13}$ K/s, la estructura es icosaedral.

4. Conclusiones

La formación del vidrio metálico y la cristalización de las nanogotas sobreenfriadas, que constan de 2057 átomos, fue estudiada mediante la simulación con el método de dinámica molecular en condiciones N y V constantes. La estructura final a 300 K es fuertemente influenciada por la velocidad de enfriamiento. Las nanopartículas, obtenidas luego del enfriamiento con velocidad $1,5 \times 10^{13}$ K/s, representan vidrios metálicos inestables, mientras que las obtenidas con velocidad más lenta $1,5 \times 10^{12}$ K/s resultan ser cristales con empaquetamiento compacto de tipo FCC y HCP, como indica el análisis de pares vecinos. Las nanopartículas cristalizadas son policristales con bastantes imperfecciones y facetada en la superficie.

5. Agradecimientos

Los autores expresan su agradecimiento al CSI de la UNMSM por el soporte financiero parcial mediante el proyecto 081301061.

6. Bibliografía

1. Eberhardt W. *Surface Science*. 2002; 500:242.
2. Baletto F, Ferrando R. *Rev. Mod. Phys.* 2005; 77:371
3. Shrivastava S, Bera T, Roy A. *Nanotechnology*. 2007; 18:225103.
4. Gafner Yu, Gafner S, Entel P. *Physics of Solid State*. 2004;46:1327.
5. Wen Shi D, Liang Ming He, Ling Guang Kong, Hong Lin, Li Hong. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2008;16:025009
6. Nam HS, Hwang NM, Yu BD, Yoon JK. *Phys.Rev. Lett.* 2002; 89:275502
7. Jae-Hyeok Shim, Seung-Cheol Lee, Byeong-Joo Lee, Jin-Yoo Suh, Young Whan Cho. *Journal of Crystal Growth*. 2003; 250:558.
8. Ying Chen, Xiufang Bian, Jingxiang Zhang, Yanning Zhang, Li Wang. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2004; 12:373.
9. Delogu F. *Nanotechnology*. 2007; 18: 485710.
10. Atis M, Aktas H, Guvenc Z. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2005; 13:1411.
11. Baletto F, Ferrando R, Fortunelli A, Montalenti F, Mottet C. *J. Chem. Phys.* 2002; 16(9):3856.
12. Reinhard D, Hall BD, Ugarte D, Monot R. 1997 *Phys.Rev. B*. 1997; 55:7868.
13. Cleri F, Rosato V. *Phys.Rev. B*. 1993; 48:22.
14. Stillenger F, Weber TA. 1995 *Science*. 1995; 267:978.
15. Dana Honeycutt J, Andersen H C. *J.Phys. Chem.* 1987; 91:4950.

Primeros registros de patrones de difracción de polvo de níquel y óxido de itrio en el difractómetro de neutrones “Amauta”

Marco Munive^{1,*}, Oscar Baltuano¹, Javier Gago¹, Yuri Hernández¹, Rolando Arrieta²

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Dirección de Instalaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se han obtenido los primeros patrones de difracción de neutrones utilizando el difractómetro de neutrones Amauta. Este instrumento ha sido construido en el conducto de irradiación N° 3 del reactor RP-10. Los patrones de difracción obtenidos de las muestras en polvo de níquel y óxido de itrio han mostrado una relación señal/fondo significativa, lo que ha hecho posible poder diferenciar claramente varios picos de difracción. El difractómetro Amauta fue diseñado para operar con haces de neutrones abiertos y de bajo flujo, condiciones que son inherentes al reactor RP-10. Por esta razón, los resultados obtenidos son el punto de partida de futuras investigaciones para mejorar los resultados. Se explican aquí, detalles del equipamiento utilizado, los procedimientos y los difractogramas obtenidos, estos últimos comparados con otros obtenidos por simulación.

Abstract

First neutron diffraction patterns have been obtained using the Amauta neutron diffractometer. This device has been built at the irradiation facility N° 3 of the RP-10 reactor. Nickel and yttrium oxide powder samples were used and obtained diffraction patterns showed a significant signal/background rate making possible clearly differentiation of many diffraction peaks. The Amauta diffractometer was designed to operate with open beams and low flux of neutrons, conditions that are inherent to the RP-10 reactor. For this reason, the results obtained are the start point for further research for improving performance. In this work, details of the equipment that were used are explained as well as the procedures and the patterns obtained. The latter were compared with other obtained by simulation. There are pending updates that improve resolution and sensibility of the instrument.

1. Introducción

La difracción de neutrones es una técnica que utiliza el fenómeno de la dispersión elástica de los neutrones que se produce cuando estos inciden sobre un material. Esta característica se utiliza para determinar la estructura cristalina del material.

En años recientes se ha venido implementado un difractómetro de neutrones de doble eje, denominado Amauta, para análisis de muestras en polvo en el conducto de irradiación N° 3 del reactor RP-10 [1]. El bajo flujo que se obtiene en el conducto de irradiación es de $9,25 \times 10^8$ n.s.⁻¹cm.⁻², el cual es una limitación que impone restricciones en la elección de los elementos que forman parte del instrumento: el cristal monocromador, los colimadores, el sistema de detección y particularmente la concepción de

los blindajes. Esto último, en razón que al ser el conducto de irradiación N° 3 de tipo radial, habrá un haz de fotones gamma muy intenso que reduce considerablemente la relación señal/ruido, degradando significativamente el límite de detección.

Sin embargo, la cuidadosa instalación y alineamiento de todos los elementos del instrumento y la correcta disposición de los blindajes han permitido lograr una relación señal a ruido, lo suficientemente alta como para observar los primeros patrones de difracción de muestras en polvo con secciones eficaces de dispersión elevadas para neutrones; ejemplo, polvo de níquel y óxido de itrio.

* Correspondencia autor: mmunive@ipen.gob.pe

Aun así, diversos parámetros son susceptibles de ser mejorados para aumentar la respuesta obtenida: incremento en el número de detectores, mejora de los blindajes, aumento del tiempo de irradiación, mejor configuración del núcleo del reactor RP-10 para aumentar el flujo, incremento de la potencia, etc.

2. Materiales y Métodos

La complejidad de la técnica de medición requiere de una minuciosa elección de los componentes utilizados y una rigurosa instalación de los blindajes necesarios. A continuación se describen brevemente estos componentes:

2.1 El monocromador

Está formado por 9 tiras de silicio apiladas verticalmente, las cuales han sido dobladas mecánicamente para proporcionar focalización horizontal y vertical [2]. Los planos de reflexión principales son (220), (511) y (331). Para este trabajo se utilizó una longitud de onda de 0,96 Å, la cual se logra con un ángulo de take-off de 89,69° para el plano (220). Esta unidad está diseñada para trabajar con haces abiertos, muestras de pequeño tamaño y detección sensible a posición. Además, el monocromador ha sido montado sobre un goniómetro marca Huber 5202.5 que posee 5 grados de libertad, lo que permite realizar no solo el alineamiento del haz monocromático sobre la muestra sino también, seleccionar la longitud de onda mediante la rotación del monocromador para utilizar los demás planos de reflexión.

2.2 El sistema de detección

El sistema de detección [3] fue fabricado por Instrumentation Associates y está conformado por un detector de He3 sensible a posición (PSD) marca Reuter & Stokes, el cual tiene una longitud efectiva de detección de 50 cm y una resolución nominal de 3 mm con un voltaje de operación nominal de 1900 V. Un módulo de codificación de posición (PEM) se utiliza para la lectura de la información a través de una PC. Los preamplificadores, fuente HV y demás componentes electrónicos han sido proporcionados por el fabricante [3]. Los resultados obtenidos de este trabajo han sido logrados usando un detector PSD y en el futuro se tiene planificado ampliar el sistema a 3

detectores. El detector se encuentra alojado dentro de un gabinete metálico que ha sido revestido con materiales de blindaje para mejorar la relación señal/fondo, según se detalla en el siguiente párrafo.

Todas las consideraciones de diseño de este sistema han tenido en cuenta el bajo flujo obtenido sobre la muestra por lo cual está optimizado para estas condiciones de operación.

Tabla 1. Resumen de características del difractor de neutrones Amauta.

<i>Tipo de monocromador</i>	<i>Silicio focalizador</i>
Planos de reflexión del monocromador	(220), (511), (331)
Longitud de onda neutrones	0,96 Å (220)
Distancia entre ejes	350 cm
Distancia entre muestra y detector (Ajustable)	90 cm - 145 cm
Rango de medida 2 theta	20° - 80°
Flujo de neutrones sobre la muestra ($n \cdot s^{-1} \cdot cm^{-2}$)	$4,15 \times 10^6$

2.3 El blindaje

Un colimador de polietileno de alta densidad de 120 cm de longitud fue instalado entre el monocromador y la posición de la muestra para reducir el fondo indeseado y mejorar la relación señal/fondo obtenida. El interior del colimador se acondicionó como una guía de neutrones de sección rectangular de 10 cm x 12 cm revestida en algunos tramos con planchas de cadmio par reducir la dispersión de neutrones (Figura 1).

Debido a que el conducto de irradiación esta ubicado de forma radial con respecto al núcleo del reactor, la radiación gamma que acompaña a los neutrones que emergen del conducto es muy alta, adicionalmente la dispersión de radiación neutrónica y gamma producida por el monocromador de silicio, contribuyen a que la tasa de radiación de fondo en el recinto experimental sea sustancialmente alta ($< 25 \mu Sv/h$) y esto repercute en el fondo de detección del PSD, lo cual enmascara los picos de difracción de una muestra. Por ello, fue necesaria la instalación de grandes blindajes para campos mixtos (gamma/neutrones) y para cuyo

diseño se ha recurrido tanto a pruebas experimentales como a simulación (Figura 1).

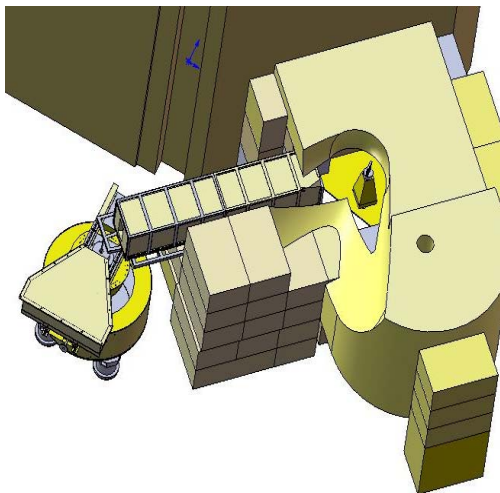


Figura 1. Esquema de la disposición física de los elementos y blindajes del difractómetro.



Figura 2. Primer plano del segundo eje. Se observa a la izquierda el gabinete que contiene el detector, al medio la posición de la muestra y a la izquierda, vista parcial del colimador.

El blindaje del detector está formado por un cubículo o gabinete metálico (Figura 2) con una abertura frontal de 15 cm x 15 cm para permitir el paso del haz de neutrones difractado por la muestra. Las paredes de este blindaje están revestidas con 50 mm de parafina, planchas de cadmio de 1 mm de espesor y planchas de polietileno borado de 5 mm. Adicionalmente, la base y el techo de este gabinete está recubierto de planchas de polietileno borado de alta densidad de 0.3

mm de espesor. Este blindaje aun cuando produce un fondo alto debido a la fuerte dispersión de neutrones y gammas en la sala experimental del reactor, ha brindado una relación señal/fondo suficiente como para obtener conclusiones importantes de las mediciones realizadas.

Con todas estas consideraciones de blindaje se logró obtener una tasa de exposición gamma menor a 125 mR/h y un flujo de neutrones térmicos de $4,15 \times 10^6 \text{ n}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$ en la posición de la muestra.

2.4 Software

La adquisición de datos se realiza utilizando el programa de control del módulo PEM (descrita en la sección del sistema de detección). Este módulo proporciona 4 archivos: con extensiones A y B para la información de cada extremo del detector, uno con extensión SUM para el espectro suma A+B y un espectro POS que representa los valores de cuentas/posición, calculado a partir de la ecuación de división de carga [3]:

$$\text{POS} = V_A / (V_A + V_B)$$

Todos los archivos son almacenados en formato de texto plano con una resolución de 4096 canales.

Se ha desarrollado un programa (pos2ard.exe) para la lectura archivos tipo POS, los cuales luego de normalizarse el ángulo central del detector, la distancia muestra-detector, la resolución deseada (# de canales) y las zonas de exclusión de los espectros, son convertidos en un solo archivo de formato ARD (Amauta RawData) que contiene toda la información de los patrones de difracción ya normalizados.

Igualmente, se ha modificado el programa WinPLOTTR para incluirle la lectura de archivos en formato ARD.

El fabricante además proporciona un conjunto de herramientas de software para realizar las tareas de calibración, control, adquisición de datos y automatización de las diferentes partes del instrumento.

2.5 Procedimiento experimental

Se procedió primeramente al alineamiento del haz proveniente del monocromador para enfocarlo directamente sobre la muestra. Para ello el detector se colocó detrás de la posición

del portamuestra directamente sobre el haz (Figura 3). Se seleccionó el plano de reflexión (220). Dicha selección se realizó mediante un registro de intensidad de los haces de neutrones difractados usando dos planos de reflexión de monocromador de silicio: (220), (331), de los cuales el plano de reflexión (220) [2] es el que proporciona la mayor intensidad de neutrones en la posición de la muestra (Figura 4). Además la relación señal/fondo para este plano también fue la más adecuada; la longitud de onda de los neutrones difractados por este plano es de 1,47 Å

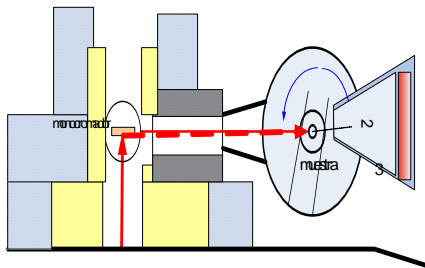


Figura 3. Posiciones del monocromador, portamuestra y detector para el alineamiento del haz monocromático.

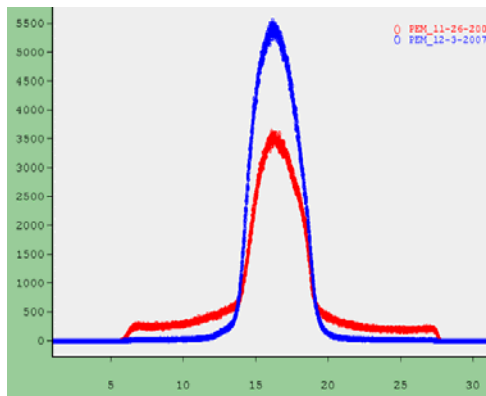


Figura 4. Intensidades de haz difractado para los planos de reflexión 220 (azul) y 331 (rojo). Se observa el mayor flujo medido en la posición de la muestra y el menor fondo obtenido para el plano 220.

Las muestras usadas fueron: níquel en polvo y óxido de itrio (Y_2O_3). El níquel posee una alta sección eficaz de dispersión para neutrones térmicos (17,742 b) lo cual facilita la colección del difractograma, por otro lado el óxido de itrio es comúnmente utilizado en los difractómetros debido a que el

difractograma logrado presenta muchos picos bien diferenciados y que es útil para la calibración del equipo.

Como portamuestra se utilizaron cánulas cilíndricas de aluminio de alta pureza debido a su baja sección eficaz de dispersión. Estas cánulas tienen paredes de 1mm de espesor y los diámetros y longitudes, varían según el volumen de la muestra que se desea irradiar, el diseño de cánulas busca reducir al mínimo el efecto de auto absorción de neutrones, a la fecha se dispone de 3 cánulas para irradiar muestras de 13, 20,5 y 32 gr de polvo de níquel. Estos portamuestras serán reemplazados en el futuro por otros fabricados con vanadio, material que es el más recomendado para estos trabajos.

Las primeros difractogramas de níquel en polvo y Y_2O_3 se obtuvieron con el detector PSD centrado en 60° (2θ) y con un rango de medida de 50° a 70° . Ambas mediciones se realizaron a una potencia del reactor de 10 MW y 1 hora de irradiación, Figuras 5 y 6.

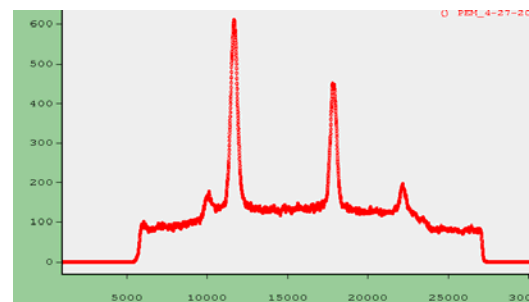


Figura 5. Difractograma de una muestra de 20.5 gr. de níquel en polvo. El eje horizontal no está calibrado y su centro corresponde a un ángulo de 60° .

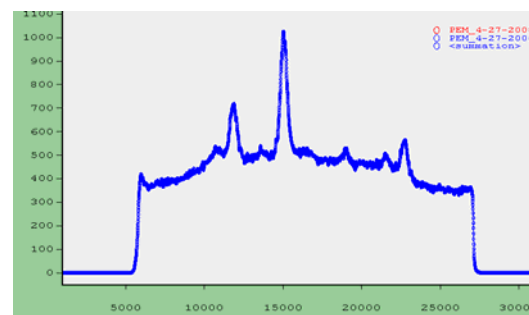


Figura 6. Difractograma de una muestra de 12.5 gr. de óxido de itrio en polvo, sin tratamiento térmico previo. El eje horizontal no está calibrado y su centro corresponde a un ángulo de 60° .

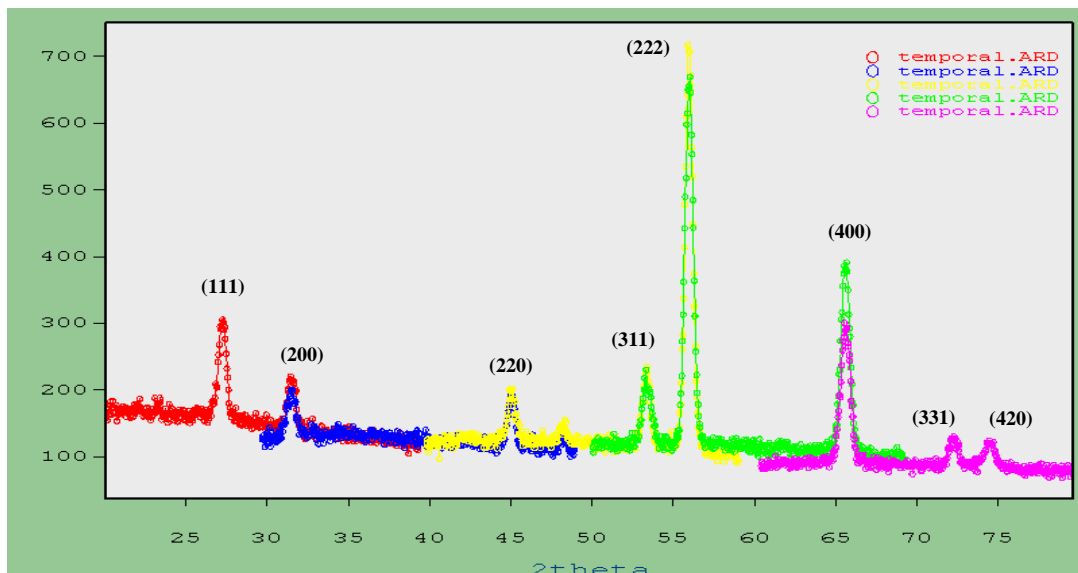


Figura 7. Diffractograma de una muestra de 20.5 g de níquel en polvo. Cada parte del difractograma psee un rango de 20° (en colores) se obtuvo con una potencia de 10 MW y 1 hora de irradiación. Se muestran los planos de reflexión correspondientes a cada pico obtenido mediante simulación.

3. Resultados y Discusión

Con la finalidad de verificar la consistencia de los resultados anteriores, se realizó la composición de un difractogramas a diferentes posiciones del detector PSD; cubriendo un rango de 20° a 80° (2θ) para una muestra de níquel en polvo y para lo cual se registraron 5 mediciones en ángulos diferentes del detector (30°, 40°, 50°, 60° y 70°). En todos los casos se redujo el espectro a un rango de 20° para eliminar la información lateral no significativa o con errores debido a la atenuación producida por el ancho de la ventana del blindaje. En el difractograma compuesto se puede observar la coincidencia de los picos de difracción (Figura 7). Pequeños ajustes de desplazamiento fueron realizados con el programa WinPLOTTR para corregir los errores de alineamiento durante el posicionamiento del detector

Tabla 2. Correspondencia entre los valores simulado y medido del ángulo 2θ correspondiente a diversos índices hkl .

hkl	2θ		hkl	2θ	
	Sim.	Med.		Sim.	Med.
111	27,033	27,2	222	55,739	55,9
200	31,315	31,5	400	65,336	65,6
220	44,875	44,9	331	72,059	72,3
311	53,174	53,3	420	74,240	74,5

Estos resultados han sido contrastados con los obtenidos por simulación utilizando el programa PowderCell 2.4. En este proceso se simuló la difracción de neutrones para cristales de níquel, con $\lambda_n = 1,55 \text{ \AA}$, correspondiente a la longitud de onda obtenida del plano de reflexión del monocromador (220). Considerando que la celda unidad de un cristal de níquel es de tipo FCC y grupo espacial $Fm3m$, los índices hkl para lo picos logrados en la simulación coinciden con los obtenidos en la difracción mostrada en la Figura 7 (Tabla 2). Sin embargo, las intensidades difieren bastante de la simulación debido al fondo muy elevado que enmascara las intensidades correctas de los picos. A esto se suma las correcciones realizadas para el alineamiento de los difractogramas individuales.

4. Conclusiones

Estos primeros patrones de difracción han demostrado la viabilidad de realizar este tipo de estudios en el reactor RP-10 sin cambiar las condiciones de operación actuales. Sin embargo, se requiere realizar cambios significativos para mejorar la resolución y la sensibilidad del equipo. Es importante reducir el fondo producido por dispersión, lo cual implica el aumento en la cantidad y calidad

de los blindajes utilizados. Por otro lado, la instalación de dos detectores PSD adicionales al que ya se tiene instalado aumentará en forma importante la sensibilidad. Debido a que es necesaria la toma de varios difractogramas para completar un rango amplio de ángulos de interés; las acciones mencionadas son de gran importancia para mejorar las características del equipo, manteniendo las condiciones actuales de operación: 10 MW y tiempos de colección de 1 hora por cada difractograma.

5. Agradecimientos

A nuestros colegas, Dr. Walter Estrada, Dr. Juan Rodríguez, Dr. José Solís, por su determinación para garantizar la continuidad de esta investigación.

6. Bibliografía

- [1] Munive M, Baltuano O, Gago J, Bautista G. Avances en el montaje del difractómetro Amauta. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico y Tecnológico 2006. Lima: Perú; 2007. p. 10-13.
- [2] Choi YN, Kim SA, Kim SK, Kim SB, Mikula P. Bent perfect crystal monochromator at the monochromatic focusing condition. Z. Kristallogr. Suppl. 23 (2006) 199-204.
- [3] Berliner R. Notes and Instructions Multi-Element Position Sensitive Neutron Detector. Instrumentation Associates. USA.
- [4] Caglioti G. Conventional and Three-Axis Neutron Powder Diffraction. Proceeding of the International Summer School at Harwell. 1-5 July 1968.

Preparación y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico-*Aloe vera* por radiación gamma

Kety León¹, Julio Santiago^{1,2,*}

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se ha logrado preparar hidrogeles de alcohol polivinílico con gel de *Aloe vera* utilizando diferentes dosis de radiación gamma, los que fueron caracterizadas por FT-IR y por su grado de hinchamiento. Se han obtenido películas con buenas propiedades mecánicas a partir de 11 kGy. El grado de hinchamiento de estas películas disminuye de 2500 a 1000 % conforme se incrementa la dosis de radiación, pero a partir de 18 kGy ya no varía mucho. La película obtenida a 15 kGy presenta una mayor capacidad absorbente a pH básicos. Estas películas no presentan actividad antimicrobiana pero sí actúan como una barrera eficaz contra microorganismos por lo que tienen potencial para ser utilizados como apósitos para el tratamiento de heridas y quemaduras.

Abstract

Hydrogels of polyvinyl alcohol with *Aloe vera* gel have been prepared using gamma radiation (8-26 kGy), and were characterized by FT-IR and their degree of swelling was determined. Those obtained with doses higher than 11 kGy show good mechanical properties. The degree of swelling of these films decreases from 2500 to 1000 % as the radiation dose increasing, but from 18 kGy it doesn't change too much. The film obtained at 15 kGy has good water absorbent capacity at basic pH. These films have no antimicrobial activity but they act as an effective barrier against microorganisms. This hydrogels have potential to be used as dressings for the treatment of wounds and burns.

1. Introducción

Entre los materiales más promisorios para el tratamiento de heridas difíciles de cicatrizar y quemaduras, se encuentran los hidrogeles en forma de películas [1,2]. Estos materiales son redes tridimensionales que tienen un gran poder absorbente de soluciones acuosas.

Polímeros naturales como la quitina, quitosano, alginatos [3] y carragenanos [4] han sido utilizados para el tratamiento de heridas porque participan de alguna manera en el proceso de cicatrización. Sin embargo, las propiedades mecánicas de estos materiales no son muy buenas, por lo que se combinan con otros polímeros sintéticos biodegradables y biocompatibles como el alcohol polivinílico (PVA) [5], polietilenglicol [6] y polivinilpirrolidona (PVP) [7], entre otros.

En el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) hemos desarrollado hidrogeles de PVA-quitosano, entrecruzados por radiación gamma [8,9]. Estas películas actúan como una barrera eficaz para evitar la infección de

las heridas. Adicionalmente, se ha introducido aditivos naturales e inorgánicos para potenciar su actividad biológica. Las películas conteniendo extractos de sangre de grado (*Croton lechleri*) presentaron actividad contra *S. aureus* y buenas propiedades cicatrizantes en quemaduras provocadas en conejos y en cortes en ratones [10]. En cambio, las películas de PVA conteniendo nanopartículas de plata presentaron actividad contra *P. aeruginosa* [11]. Actualmente, se está tratando de reemplazar el quitosano por otro producto natural de menor costo y de propiedades biológicas interesantes. Hemos escogido el *Aloe vera* por su gran disponibilidad en nuestro medio y por sus diversas aplicaciones en la medicina tradicional [12].

El gel extraído de las hojas de *Aloe vera* es muy utilizado en el tratamiento de lesiones a

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

la piel y quemaduras debido a sus propiedades antiinflamatorias, antifúngicas y cicatrizantes [13]. Asimismo, ha sido utilizado en el tratamiento de dermatitis, mucositis y úlceras inducidas por radiación gamma [14]. Se ha demostrado que estimula el crecimiento de fibroblastos y colágeno, promoviendo la cicatrización de heridas y quemaduras e incrementando la resistencia del tejido regenerado. Asimismo, contribuye al incremento del ácido hialurónico en los tejidos [15-17].

Hidrogeles obtenidos a partir de mezclas de PVA, PVP y gel de *Aloe vera* han sido preparados por el método de calentamiento-enfriamiento y utilizando altas dosis de radiación gamma (25-50 kGy). Estos hidrogeles mostraron ser eficientes en la cicatrización de heridas provocadas en ratones [18].

En este trabajo presentamos la preparación y caracterización de hidrogeles de PVA-*Aloe vera* obtenidos a dosis relativamente bajas de radiación gamma (8-26 kGy), comparado con el de la literatura (25-50 kGy), como materiales promisorios para el tratamiento de quemaduras.

2. Experimental

2.1 Generalidades

El *Aloe vera L.* utilizado fue cultivado en el Centro Nuclear de Huarangal. El PVA proviene de Fluka (Mowiol 18-88, viscosidad 26-30 mPa.s, 4% en H₂O a 20 °C). El espectrofotómetro UV-visible Biochrom, modelo Libra S22. El FT-IR marca Nicolet, modelo impact 410. Se utilizó un irradiador gamma marca Nordion, modelo Gammacell 220, con una fuente de cobalto-60.

2.2 Obtención del gel de *Aloe vera*

Se cortó una hoja exterior de una planta de *Aloe vera* a 7 cm del nacimiento de la hoja, se lavó con abundante agua y desinfectó con gasa embebida en alcohol a 70°, se quitó las espinas laterales y los extremos de la hoja. Luego se dividió en 3 trozos y se dejó remojando cada trozo en agua destilada durante 4 días, cambiando el agua cada 24 horas. Con la ayuda de una espátula se arrastró el gel hacia un vaso limpio, evitando raspar demasiado y coger tejido.

2.3 Preparación de los hidrogeles de PVA-*Aloe vera*

Se mezcló una solución de gel de *Aloe vera* en ácido acético 0,1 M (1:4) con una solución acuosa de PVA al 1% (*Aloe vera*-PVA 1:2). Esta solución fue irradiada a las dosis de 3, 5, 8, 11, 15, 18, 20 y 26 kGy.

2.4 Determinación del grado de hinchamiento

Se sumergió un trozo de hidrogel seco de masa determinada, W_s , en un vaso con 20 mL de agua, y se determinó su peso húmedo, W_h , en función del tiempo. El grado de hinchamiento (GH) se determinó utilizando la siguiente fórmula:

$$GH (\%) = (W_h - W_s) / W_s * 100$$

2.5 Evaluación de la actividad antimicrobiana [19, 20]

Estas pruebas fueron realizadas con *Staphylococcus aureus* ATCC 25923 y *Escherichia coli* ATCC 25922, cepas adquiridas del Instituto Nacional de Salud. Los microorganismos fueron cultivados sobre agar casoy en plano inclinado. Se inoculó 3 a 5 colonias sobre caldo casoy (Merck), se homogenizó y se diluyó el cultivo hasta obtener una concentración de 10⁸ UFC/mL. Este inóculo fue sembrado en placas con Agar Muller Hinton, previamente incubadas por 24 horas a 37°C. En las placas sembradas se realizaron excavaciones de 10 mm de diámetro, para colocar las muestras líquidas. En las excavaciones realizadas se sembró aproximadamente 100 µL de muestra. Se dejó difundir por 5 minutos, y luego se incubó a 37 °C por 18 a 24 horas. Luego, se procedió a realizar las lecturas correspondientes.

2.6 Pruebas de permeabilidad

La metodología empleada fue similar a la utilizada por Razzak [21]. El inóculo de cepas bacterianas se preparó en caldo casoy incubado a 37 °C por 18-20 horas. La prueba se realizó de dos maneras, en tubos y en placas.

En placas: se utilizó agar selectivo, EMB para *E. coli* y Baird-Parker para *S. aureus*. Se colocaron las películas de *Aloe vera*-PVA, y sobre ésta se colocó un inóculo del

microorganismo. Se dejó incubando a 37 °C por 7 días.

En tubos: sobre la boca del tubo, conteniendo caldo EC para *E. coli* y Giolitti Cantoni para *S. aureus*, se colocó una película de *Aloe vera*-PVA y se aseguró con cinta. Sobre la película se inoculó el cultivo y se dejó incubando por 7 días, embebiendo constantemente el caldo con la película. Se sembró el mismo inóculo sobre tubo sin película (tubo control).

3. Resultados y Discusión

El tratamiento seguido para la obtención del gel de *Aloe vera* es similar al reportado en la literatura [22], comprobando que luego de cuatro días de lavado ya no quedaban trazas de aloína.

Este gel es insoluble en agua pero se disolvió fácilmente en una solución de AcOH al 1 %, mostrando un comportamiento similar al quitosano.

Para la preparación de las mezclas PVA-*Aloe vera* se tuvo que disolver primero el gel en una solución de AcOH al 1 % antes de mezclarla con la solución de PVA, debido a que el gel no se disolvía completamente en la solución de PVA.

Las películas obtenidas por entrecruzamiento por radiación gamma, presentan propiedades mecánicas diferentes en función de la dosis de radiación. Por debajo de 8 kGy, los materiales obtenidos no tienen consistencia gelatinosa y son muy fluidos. En cambio, a partir de 8 kGy se obtienen películas con buenas propiedades mecánicas, Figura 1.



Figura 1. Hidrogeles de *Aloe vera* - Alcohol polivinílico a las dosis de 8, 11, 15 y 26 kGy.

Todas estas películas presentan el mismo espectro IR, muy similar al espectro IR del PVA (3300 cm^{-1} grupos OH y 1750 cm^{-1} grupos residuales acetato) combinado con picos característicos del gel de *Aloe vera* en 3300 cm^{-1} , 1700 cm^{-1} y la zona de 1000-1500 cm^{-1} , Figura 2.

La forma de las curvas de hinchamiento varía en función de la dosis a las que se obtuvieron las películas de PVA-*Aloe vera*. Las películas irradiadas a 11 kGy fueron las que alcanzaron más rápidamente su punto de saturación. Luego de 50 minutos de contacto con el agua su grado de hinchamiento fue de 2500%. En cambio, las otras películas obtenidas a dosis de radiación gamma mayores a 15 kGy se saturaron recién después de aproximadamente 200 minutos, Figura 3.

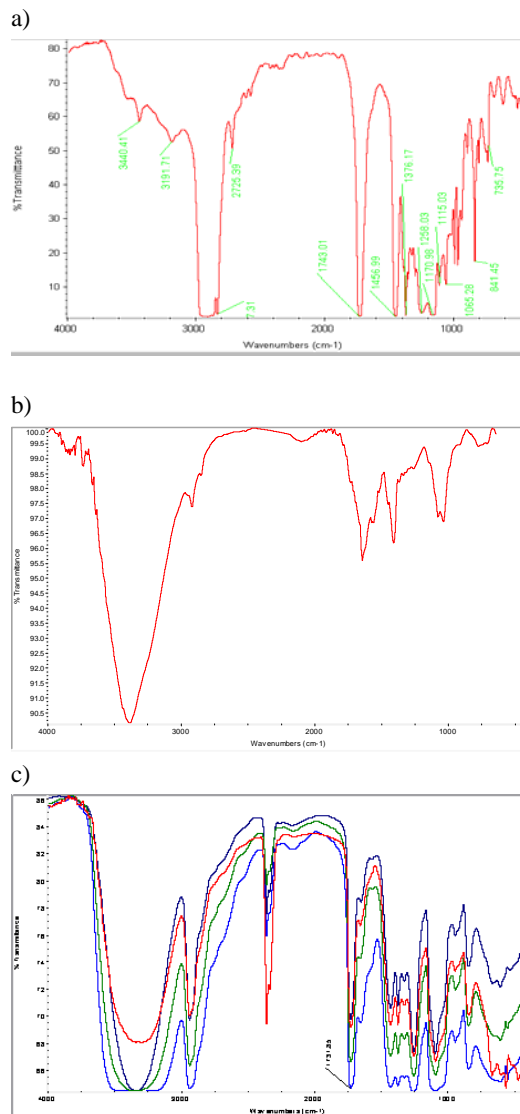


Figura 2. Espectros FT-IR de las películas de: a) PVA, b) *Aloe vera*, y c) hidrogeles de *Aloe vera*-PVA a las dosis de 8, 11, 15 y 26 kGy.

El grado de hinchamiento disminuye desde 2500 % para las películas obtenidas a 11 kGy hasta 1000 % para las obtenidas a 18 kGy,

para mantenerse casi constante con el incremento de radiación gamma, Figura 3. Este comportamiento difiere del observado en los hidrogeles de PVA-PVP-*Aloe vera* en el que el grado de hinchamiento continúa disminuyendo en función de la dosis de radiación. En cambio, los hidrogeles de PVP-PVA-*Aloe vera* presentan un grado de hinchamiento mucho mayor, 4500 %, debido principalmente a la presencia del PVP [18].

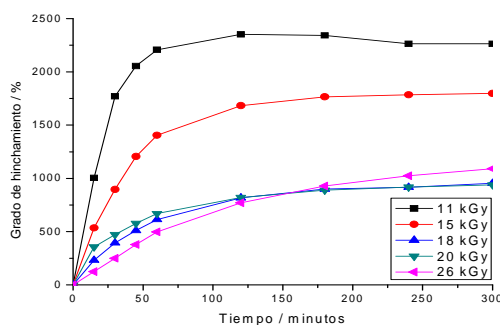


Figura 3. Grado de hinchamiento de los hidrogeles de PVA-*Aloe vera* obtenidos por irradiación gamma, 11, 15, 18, 20 y 26 kGy.

La velocidad de absorción de agua aumenta con el pH del medio para el caso de las películas obtenidas a 15 kGy. A partir de pH 7, las películas alcanzan su punto de saturación en 75 minutos. En todos los demás casos, el tiempo para alcanzar la saturación se mantiene alrededor de 200 minutos.

La integridad de las películas durante el proceso de hinchamiento fue evaluada por la pérdida de masa luego de cada proceso de hinchamiento. Las películas irradiadas a bajas dosis fueron las que más masa perdieron. Las que fueron irradiadas a 15 kGy perdieron hasta un 20 % de masa en el primer proceso mientras que en el segundo no se observó disminución de masa. En cambio, las que fueron irradiadas a 20 kGy no mostraron ninguna variación de su masa inicial en ninguno de los ciclos de hinchamiento.

3.1 Evaluación de la actividad antimicrobiana

Estas pruebas fueron realizadas para las películas de PVA-*Aloe vera* y a sus soluciones respectivas. A las 24 horas de lectura se observa que las películas obtenidas, a diferentes dosis de radiación, no presentan actividad antimicrobiana frente a *E. coli*,

Figura 5a. Una situación similar se observa para la cepa de *S. aureus*. Para el caso de las soluciones utilizadas para preparar los hidrogeles, la solución acuosa de ácido acético al 1 % presentó un halo tenue, lo que se manifiesta también en la solución acética de *Aloe vera* (L), Figura 5b.

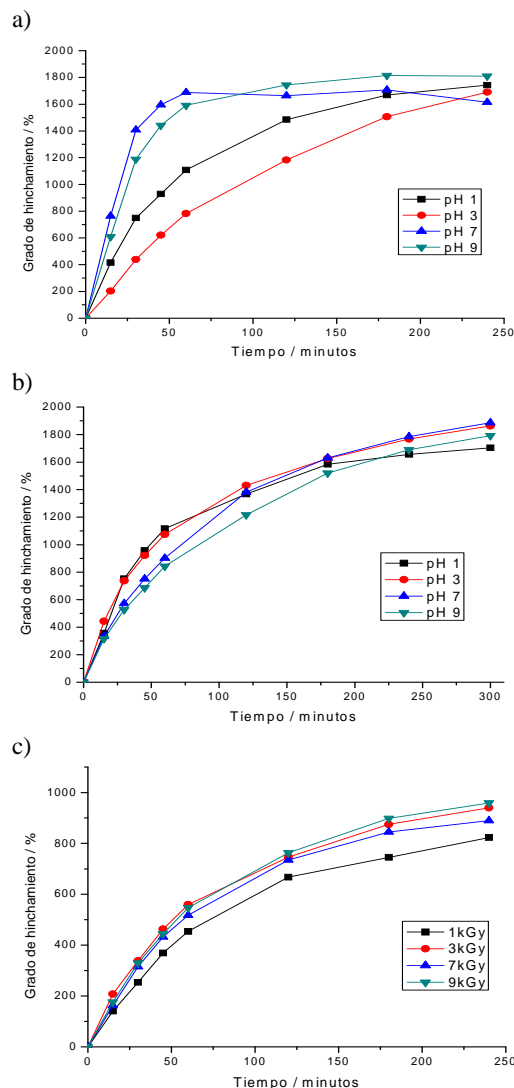


Figura 4. Grado de hinchamiento de los hidrogeles de PVA-*Aloe vera* a diferentes pH: a) 15, b) 18 y c) 20 kGy.

3.2 Evaluación de la permeabilidad

En placas: Luego de 24 horas, se observa que las colonias de *S. aureus* crecen encima de la película, pero no llegan a atravesar la película, inclusive luego de 7 días. En efecto, al quitar las películas de su ubicación inicial no se observó el crecimiento característico de las colonias de *S. aureus* en el medio utilizado, Figura 6. Esta prueba se hizo con

una película completamente extendida y otra enrollada (menor superficie de contacto y mayor oxigenación). Lo que si se observa, es que hay difusión de los componentes del medio de cultivo a través de la película, por el crecimiento característico de la bacteria encima de la película. En el caso de *E. coli*, tampoco se observó crecimiento por debajo de las películas.

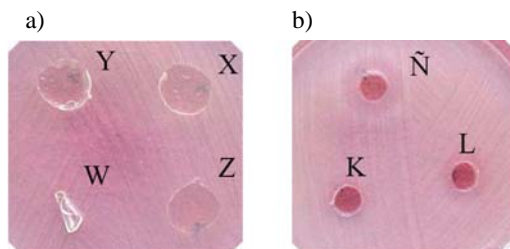


Figura 5. a) Actividad antimicrobiana de hidrogeles de Aloe vera-PVA obtenidos a diferentes dosis de radiación: 12, 15, 18 y 26 kGy (W, X, Y, Z respectivamente), b) PVA al 10 %, solución acética de Aloe vera y solución de ácido acético (K, L, Ñ respectivamente) frente a *E. coli*.

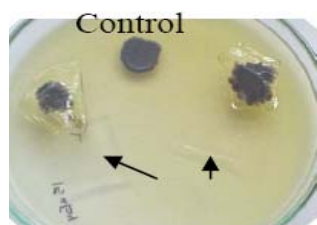


Figura 6. Prueba de permeabilidad frente a *S. aureus* luego de 7 días. Las flechas indican la posición inicial de las películas.

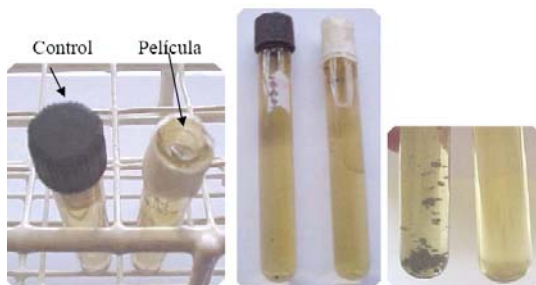


Figura 7. Prueba de permeabilidad frente a *S. aureus* a las 24 horas (centro) y a los 7 días (derecha).

En tubos: se observa la presencia de *S. aureus* por el ennegrecimiento del tubo control debido a la reducción, por parte de la bacteria, del telurito presente en el medio de cultivo, Figura 7. En el tubo conteniendo la película en su parte superior, no se encontró evidencia de crecimiento a pesar de tener la película embebida con el caldo de cultivo,

inclusive luego de 7 días, indicando que las bacterias no atravesaron la película de PVA-Aloe vera.

4. Conclusiones

El entrecruzamiento de las cadenas de PVA y del gel de Aloe vera se logra a partir de 11 kGy. El grado de hinchamiento de estas películas disminuye de 2500 a 1000 % conforme se incrementa la dosis de radiación; sin embargo, a partir de 18 kGy ya no varía mucho. La película obtenida a 15 kGy presenta una mayor capacidad absorbente a pH básicos. Estas películas no presentan actividad antimicrobiana pero sí actúan como una barrera eficaz contra microorganismos por lo que tienen potencial para ser utilizados como apósitos para el tratamiento de heridas y quemaduras.

5. Agradecimientos

Al Lic. J. Vargas e Ing. M. Linares por el servicio de irradiación gamma brindado. A la Planta de Producción de Radioisótopos, por proporcionarnos las cepas microbianas y los medios de cultivo.

6. Bibliografía

- [1] Vanderhooft J, Alcoutlabi M, Magda J, Prestwich G. Rheological Properties of Cross-Linked Hyaluronan-Gelatin Hydrogels for Tissue Engineering. *Macromolecular Biosciences*. 2009; 9:20-28.
- [2] Klouda L, Mikos A. Thermoresponsive hydrogels in biomedical applications. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*. 2008; 68:34-45.
- [3] Paul W, Sharma C. Chitosan and Alginate Wound Dressings: A Short Review. *Trends in Biomaterials and Artificial Organs*. 2004; 18:18-23.
- [4] Mohamadnia Z, Zohuriaan-Mehr M, Kabiri M, Jamshidi A, Mobedi H. pH-Sensitive IPN Hydrogel Beads of Carrageenan-Alginate for Controlled Drug Delivery. *Journal of Bioactive and Compatible Polymers*. 2007; 22:342-56.
- [5] Kim J, Choi J, Park J, Kim J, Jin S, Chang S, Li D, Hwang M, Woo J, Kim J, Lyoo W, Yong C, Choi H. Development of Clindamycin-Loaded Wound Dressing with Polyvinyl Alcohol and Sodium Alginate. *Biological and Pharmaceutical Bulletin*.

- 2008; 31:2277-82.
- [6] Felinto M, Parra D, da Silva C, Angerami J, Oliveira M, Lugao A. The swelling behavior of chitosan hydrogels membranes obtained by UV- and γ -radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 2007; 265:418–24.
- [7] Maolina Z, Hongfei H, Yoshii F, Makuuchi K. Effect of kappa-carrageenan on the properties of poly(N-vinyl pyrrolidone)/kappa-carrageenan blend hydrogel synthesized by γ -radiation technology. *Radiation Physics and Chemistry*. 2000; 57:459-64.
- [8] Carhuapoma W, Santiago J. Preparación de hidrogeles de quitosano-PVA por radiación gamma. *Revista de la Sociedad Química del Perú*. 2005; 71:185-92.
- [9] Carhuapoma W, Santiago J. Caracterización de hidrogeles de quitosano-alcohol polivinílico obtenidos por radiación gamma. *Revista Iberoamericana de Polímeros*. 2006; 6:333-46.
- [10] Rojas N, León K, Villacaqui E, Santiago J. Tratamiento de quemaduras con películas de quitosano-alcohol polivinílico conteniendo sangre de grado: Estudio preliminar. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2007. Lima: Perú; 2008. p. 211-215.
- [11] Cabrera Sotelo, JG. Hidrogeles de PVA-PVP conteniendo nanopartículas de plata obtenidos por radiación gamma. [Tesis para optar el grado de Magister en Ciencias]. Lima: Universidad Nacional de Ingeniería; 2009.
- [12] Reynolds T, Dweck A. Aloe vera leaf gel: a review update. *Journal of Ethnopharmacology*. 1999; 68:3-37.
- [13] Davis R, Stewart G, Bregman P. *Aloe vera* and the inflamed synovial pouch model. *Journal of American Podiatric Medical Association*. 1992; 82:140-48.
- [14] Richardson J, Smith J, McIntyre M, Thomas R, Pilkington K. Aloe Vera for Preventing Radiation-induced Skin Reactions: A Systematic Literature Review. *Clinical Oncology*. 2005; 17:478–84.
- [15] Chithra P, Sajithlal GB, Chandrakasan G. Influence of Aloe vera on collagen turnover in healing of dermal wounds in rats. *Indian Journal of Experimental Biology*. 1998; 36:896-901.
- [16] Chithra P, Sajithlal G, Chandrakasan G. Influence of Aloe vera on collagen characteristics in healing dermal wounds in rats. *Molecular Cell Biochemistry*. 1998; 181:71-76.
- [17] Chithra P, Sajithlal G, Chandrakasan G. Influence of Aloe vera on the glycosaminoglycans in the matrix of healing dermal wounds in rats. *Journal of Ethnopharmacology*. 1998; 59:179-86.
- [18] Park K, Nho Y. Preparation and Characterization by Radiation of Hydrogels of PVA and PVP Containing *Aloe Vera*. *Journal of Applied Polymer Science*. 2004; 91: 1612–18.
- [19] National Committee for Clinical Laboratory Standards. (1975). Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests. Approved Standard M2-A7 ASM-2. NCCLS.
- [20] NCCLS. Performance standards of antimicrobial susceptibility testing. 2002; document No. NCCLS M100-S12.
- [21] Razzak M, Zainuddin, Erizal, Dewi S, Lely H, Taty E, Sukirn. The characterization of dressing component materials and radiation formation of PVA-PVP hydrogel. *Radiation Physics and Chemistry* 1999; 55: 153-65.
- [22] Castro E, Robles A. Procesamiento y caracterización del gel de *Aloe vera* para la elaboración de hidrogeles. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima: Perú; 2007. p. 235-241.

Incremento de la durabilidad de compuestos madera-polímero procesadas por radiación gamma frente al hongo *Polyporus sanguineus*

Javier Gago^{1,*}, Kety León¹, Alcides López^{1,2}, Marco Munive¹, Juan Rodríguez²

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupac Amaru 210 Rimac, Lima 25, Perú

Resumen

El estudio de la durabilidad de la madera se realiza midiendo la pérdida del peso del mismo después de 90 días y el cambio de la morfología de su superficie. Este estudio se realizó con el hongo *Polyporus sanguineus* sobre tres especies madereras: Catahua (*Hura crepitans* L.), Mohena (*Aniba amazónica* Meiz) y Capirona (*Calycophy spruceanum* Be) sin tratamiento alguno y en forma de compuesto madera-polímero obtenido por irradiación gamma. Las maderas Capirona y Mohena polimerizadas mejoran su durabilidad, mientras que la madera Catahua polimerizada mantiene su nivel de durabilidad. Respecto a la morfología superficial, no se aprecia cambio significativo entre la madera sin tratamiento y Madera polimerizada correspondiente a la Capirona y Mohena. Mientras en la Madera Catahua sin tratamiento se aprecia un deterioro en su superficie.

Abstract

The study of wood durability was done measuring the wood weight lost after 90 days and the change of surface morphology. This study was done with the fungus *Polyporus sanguineus* in three wood species: Catahua (*Hura crepitans* L.), Mohena (*Aniba amazónica* Meiz) and Capirona (*Calycophy spruceanum* Be) without treatment and wood-polymer composite obtained by gamma irradiation. The Capirona and Mohena composites improve its durability, while the Catahua composite maintains its level of durability. Regarding surface morphology, there is no a significant change between the untreated woods and Capirona and Mohena composites. While the untreated Catahua shows deterioration of its surface.

1. Introducción

La amazonía peruana posee una gran riqueza natural de flora y fauna, y desde hace décadas hay una creciente y descontrolada explotación maderera, poniendo en riesgo la extinción de algunas especies como la caoba y el cedro [1]. Estas variedades, aparte de poseer buenas propiedades físicas como dureza, poseen también gran durabilidad, manteniéndose los productos obtenidos de esta madera, estables por mayor tiempo respecto a las otras maderas y son materia de estudio en este trabajo. La alternativa que presentamos es mostrar que una madera de baja calidad pueda alcanzar mayor valor comercial y durabilidad, mediante el compuesto madera-polímero. En estudios previos se han mostrado que estos compuestos, con procesos de polimerización similares, han resultado eficientes con una dosis de radiación gamma de 20 kGy. El

comercio de maderas compuestas se viene imponiendo por ofrecer un mejor acabado y mayor durabilidad.*

La durabilidad natural de la madera se asocia a la resistencia que posee, sin tratamiento químico alguno, frente al ataque de hongos, insectos perforadores, agentes marinos y otras influencias. Normalmente, se mide el tiempo en años durante el cual una madera es capaz de mantener sus propiedades mecánicas estando puesta en servicio en contacto con el suelo o el agua. La mayoría de las maderas tienen una durabilidad diferente frente a los diversos organismos que la pueden degradar [2].

El estudio del compuesto madera-polímero, es una consecuencia de ensayos de caracterización donde se determinó la mejora

* Correspondencia autor: jgago@ipen.gob.pe

en la dureza y la disminución de la absorción de agua [3]. Las maderas seleccionadas se encuentran en la amazonía peruana (Loreto, Huánuco, San Martín) y muchos de ellos también se encuentran en otros países y son conocidos con otros nombres [4].

Para el ensayo de durabilidad se escogió el hongo *Polyporus sanguineus*, una de las especies características en la degradación de la madera y ser el referente en la evaluación a la madera con tratamiento y sin tratamiento, en otros ensayos similares no llegaron establecer gran diferencia al utilizar con cinco especies de hongos diferentes, los resultados de mejora entre la madera sin tratar y tratada eran similares [5].

El hongo utilizado, también es conocido como *Pycnoporus sanguineus* L.:Fr. Murrill. Es un hongo xilófago, compuesto de cuerpos fructíferos con forma de repisa semicirculares y de consistencia parecida al corcho cuando está fresco, su superficie es aterciopelada. Cuando está muy joven y es lisa de adulto, algunas veces rugosa, rojo anaranjado brillante cuando está húmedo y anaranjado rojizo a anaranjado amarillento cuando está muy seco. El relleno (contexto) tiene entre 0,2 y 0,8 cm de ancho y es rojo anaranjado, la superficie inferior o fértil está formada por tubos de 0,1 a 0,2 cm de longitud y color anaranjado rojizo brillante, con 5 a 6 poros por milímetro, del mismo color que los tubos. No posee pie o estípote, debido a que se adhiere lateralmente a la madera. Las esporas son blancas cuando están agrupadas. Crece saprofitamente sobre la madera como se aprecia en la Figura 1. Durante el cultivo, el patógeno entra en la planta gracias a su actividad parasítica y luego cuando la planta muere, el hongo sobrevive.



Figura 1. *Polyporus sanguineus* hongo de la clase basidiomycetes [6].

La constitución del hongo es simple, el cuerpo fructífero se compone de células individuales llamadas hifas que en conjunto forman el micelio. Las hifas son células muy finas, con un diámetro de aproximadamente 2 μm y visibles únicamente bajo el microscopio. Tiene muchas ramificaciones, paredes transversales y sus paredes celulares contienen quitina, una sustancia de alta resistencia.

El micelio, a través de la secreción de enzimas, suministra el alimento a los hongos. Estas enzimas desintegran, el contenido de las células o las paredes celulares, lignina o celulosa de la madera [2].

Para determinar la evaluación de la durabilidad de la madera, se sigue el criterio de Findlay [2] quien clasificó las maderas en 5 grupos, basado en que los promedios de pérdidas de peso producido por los hongos durante un determinado lapso de tiempo, estaban relacionadas con su grado de resistencia a la pudrición. Dicha clasificación se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Clasificación de Findlay.

Pérdida de peso (%)	Grado de durabilidad
< 1	Muy resistente
2 – 5	Resistente
5 – 10	Moderadamente resistente
10 – 30	No resistente
> 30	Perecederas

Igualmente, hay clasificaciones similares a la norma ASTM-D-2017 [2,7] y la europea EN113, pero estos difieren con el tamaño de la muestra y las condiciones iniciales.

2. Experimental

2.1 Material

Las muestras de madera de Catahua, Capirona y Mohena fueron proporcionadas por el Laboratorio de la Facultad de Ciencias Forestales de la Universidad Nacional Agraria La Molina. Estas maderas seleccionadas son comercialmente poco estimados y utilizadas en la industria del mueble y de la construcción. Los criterios para su selección fueron: ausencia de nudos, manchas, rajaduras y que sean homogéneas e intactas.

La cepa utilizada en el estudio es *Polyporus sanguineus*, fue adquirida en la Facultad de Ciencias Forestales, Universidad Nacional Agraria La Molina. El agar Extracto de Malta proviene de Merck.

2.2 Métodos

Se siguió la metodología de la Norma IRAM N° 9518. Se cultiva la cepa de hongo *Polyporus sanguineus* en el medio de cultivo agar extracto de malta incubándose a 25 °C por un lapso de 14 días, luego se colocan sobre el mismo las probetas por un lapso de 90 días [2].

Para la preparación de las probetas, se cortaron las maderas de 10 mm x 10 mm x 40 mm de longitud. Se prepararon 6 probetas, dos de cada especie, una se mantuvo en condiciones naturales y la otra impregnada con polímero (poliéster) fue procesada mediante radiación gamma.

El hongo previamente cultivado fue inoculado en tubos de vidrio conteniendo Agar extracto de malta en plano inclinado (la cantidad de medio de cultivo y el grado de inclinación fue la misma en todos los tubos, ver Figura 2 lado izquierdo). Se incubó por espacio de 2 semanas a temperatura ambiente hasta que el hongo cubra toda la

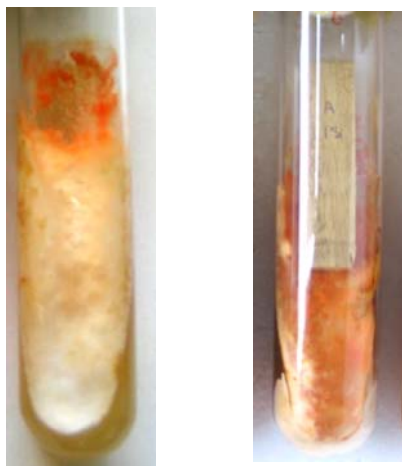


Figura 2. En el lado izquierdo se muestra la reproducción del hongo *Polyporus sanguineus*, en el lado derecho se muestra su traslado a los tubos de ensayos.

superficie del medio de cultivo. Se añadió las probetas de las diferentes maderas con y sin tratamiento de polímero (Figura 2 lado derecho). Se separó un testigo conteniendo solo el medio de cultivo. Se registraron los

pesos iniciales antes y después de añadir las probetas, y se continuó registrando los pesos correspondientes durante el proceso.

3. Resultados y discusión

3.1 Evaluación de la pérdida de peso

Se aplicó la siguiente fórmula para la evaluación de la pérdida de peso P(%):

$$P(\%) = \left(\frac{P_i - P_f}{P_i} \right) \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

Pi: peso inicial

Pf: peso final

En la tabla 2 se registra los pesos iniciales de las muestras de madera.

Tabla 2. Peso inicial de las muestras antes de ser sometido al contacto con los hongos.

Madera	Peso inicial (g)
Catahua natural	3,00
Catahua con polímero	3,20
Mohena natural	3,50
Mohena con polímero	3,70
Capirona natural	4,1
Capirona con polímero	4,8

En la Tabla 3 indica los pesos de las muestras después de haber estado sometida al ataque de los hongos, y respectiva variación de peso en porcentaje, respecto al peso inicial.

Tabla 3: Peso final de muestras sometidas al ataque de hongos.

Madera	Peso final (g)	Variación de peso (%)
Catahua natural	2,88	4,00
Catahua con polímero	3,13	2,19
Mohena natural	3,33	4,86
Mohena con polímero	3,56	3,78
Capirona natural	3,46	15,61
Capirona con polímero	4,49	3,12

Con estos datos se realiza una representación de la tasa de degradación de estas maderas:

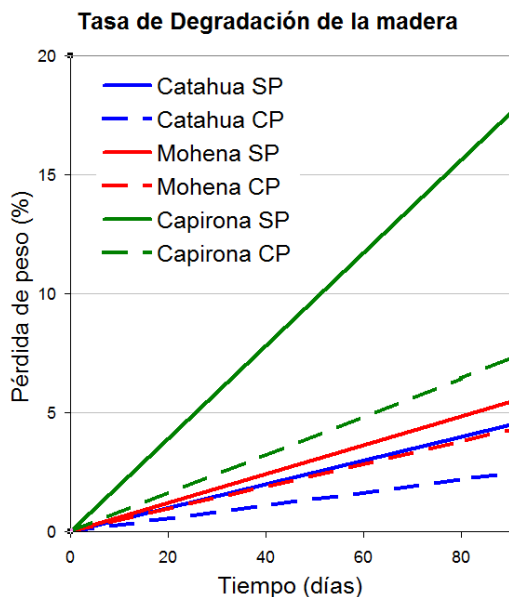


Figura 3. Tasa de degradación de las maderas.

En la Figura 3 se observa la disminución del peso debido a la degradación de la madera sin polímero y con polímero en el transcurso del tiempo. La tendencia de la tasa de degradación es lineal en algunos casos hasta 120 días, a partir de los cuales, comienza a estabilizarse el peso de la madera, debido a que los hongos no encuentran más nutrientes [8,9]. Se observan diferentes pendientes entre las probetas de estudio; por ejemplo, la Catahua sin polímero tiene una variación de peso alrededor del 4% clasificándolo como una madera resistente, y la Catahua con polímero se degrada sólo en un 2,19%, manteniéndose en la clasificación inicial, según el criterio Findlay.

Analizando el comportamiento de la Mohena, se observa que no hay una diferencia significativa entre la madera sin polímero y con polímero. Esto se debe a que la madera tiene como característica una baja absorción del polímero, demostrado en experimentos realizados anteriormente [3]. Por lo tanto, el polímero impregnado en la Mohena ligeramente incrementa su nivel en la clasificación de durabilidad, en la escala de madera Moderadamente Resistente a Resistente.

Con respecto a la madera Capirona, según la Figura 3, se observa que hay diferencia entre la madera tratada con polímero y la no tratada. Esta madera tiene la característica de presentar una densidad más alta con respecto a las dos maderas mencionadas

anteriormente. Pero la presencia de los hongos ha provocado una rápida proliferación llegando a cubrirla completamente. Esta madera no aparenta daño en su superficie como sí se observa en la Catahua, sin embargo muestra una pérdida de peso considerable. En cambio, en la Capirona con polímero se tiene una tasa de degradación menor. Mejorando su clasificación de madera No Resistente a madera Resistente.

3.2 Estudio morfológico de las muestras

En la Madera Catahua se puede observar el deterioro de la superficie de la madera por el ataque del hongo *Polyporus sanguineus* (Figura 4). Esta es la madera que más ha variado la estructura en su superficie. El hongo *Polyporus sanguineus* se adhiere a esta superficie; al momento de retirar este hongo, esta se desprende arrastrando una capa delgada de la madera, el peso modificado está en el orden del 4 %. Pero la velocidad de proliferación es muy diferente a las otras maderas, al cabo de 80 días solo han cubierto aproximadamente el 75 %.



Figura 4. Catahua sin polímero afectada por los hongos.

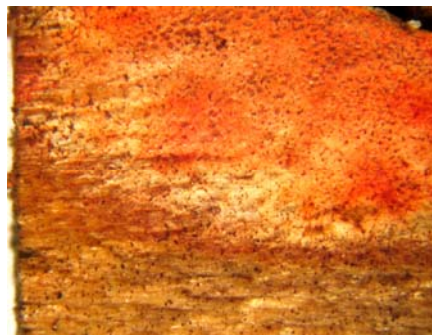


Figura 5. Catahua: se observa la adherencia del hongo *Polyporus sanguineus*.

En la Figura 5, se tiene una ampliación de la zona donde se adhiere el hongo con su color característico de anaranjado. En la Figura 6 se observa la capa uniforme que hace el hongo *Polyporus sanguineus* sobre la superficie de la madera adherida por las hifas (Fibrillas blancas).

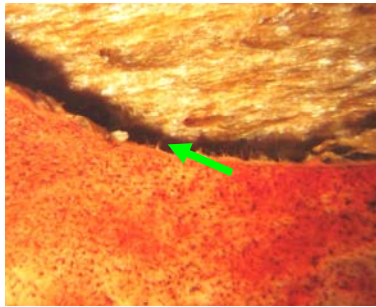


Figura 6. Desprendimiento del hongo de la Catahua.

En la madera Catahua tratada una vez retirada el hongo, en forma aparente no se observa algún deterioro sobre la superficie (Figura 7). Pero la parte que se encontraba en contacto con el Agar presenta una coloración adquirida por esta sustancia (Figura 8).



Figura 7. Luego del ataque con hongos, se puede observar que la superficie esta casi intacta, pero con una ligera coloración.



Figura 8. Superficie que se encontraba apoyado sobre el Agar. Hacia al lado derecho se observa mayor coloración.

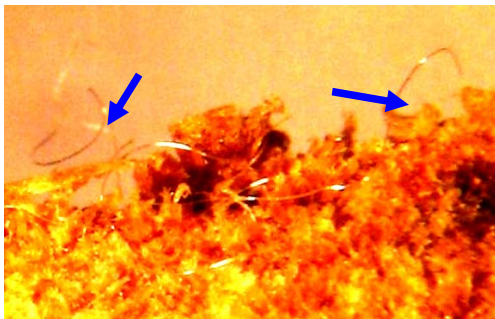


Figura 9. Formación de hifas (Flechas). En esta muestra se formaron en menor proporción que la madera sin polímero.

Los hongos al desarrollar sus hifas (Figura 9) y formar el micelio, penetran en la madera y casi siempre permanecen ocultos en ella, aunque algunas especies, en cierta época de su vida, se ven en la necesidad de hacerse visibles para fructificar. En consecuencia, la pudrición no es fácil de reconocer en sus

etapas incipientes y solo es posible detectarla por cambios de color en la madera o por manifestaciones miceliales de los cuerpos fructíferos cuando la pudrición ya se ha generalizado [2].

Respecto a la madera Mohena, esta tiene casi el mismo comportamiento en relación con la madera sin polímero, no se aprecia cambios en la superficie por la presencia del hongo como se aprecia en la Figura 10.



Figura 10. No se observa deterioro superficial. Al lado derecho se observa un cambio en el color.



Figura 11. Cambio de coloración de la Mohena debido a la absorción del líquido del Agar, se aprecia el desplazamiento del cambio de color.

En la Figura 11, se observa dos zonas con diferente coloración debido al desplazamiento de la sustancia líquida del Agar a través de los poros de dicha madera. La presencia de la sustancia del Agar es prácticamente la cuarta parte de la longitud de la muestra.



Figura 12. Mohena con polímero luego del ataque con hongos.

En la Figura 12, la madera Mohena con polímero, después de estar sometida a la presencia del hongo, no se observa un deterioro apreciable.

Con respecto a la madera Capirona se ha observado la rápida proliferación de los hongos, prácticamente al mes del ensayo se encontraba totalmente cubierta. En la Figura 13 se observa el avance en la coloración de la madera desde la parte inferior izquierdo (parte apoyada en el Agar) hacia la parte superior de la madera.



Figura 13. Capirona sin polímero luego del ataque con hongos.

En la madera Capirona tratada con polímero (Figura 14), a simple inspección se observa que el hongo no ha producido gran cambio en la estructura superficial pero si una coloración marrón oscura que avanza de izquierda a derecha.



Figura 14. Capirona con polímero luego del ataque con hongos.

4. Conclusiones

Se concluye que el tratamiento de la madera mediante la impregnación de polímero (resina poliéster) e irradiación gamma optimizada a una dosis de 20 kGy, modifica sus propiedades dándoles mayor resistencia y durabilidad.

En las tres maderas impregnadas con polímero e irradiadas incrementaron su resistencia al ataque del hongo *Polyphorus sanguineus*, destacando principalmente la madera Capirona impregnada mejorando su clasificación de madera No Resistente a madera Resistente, según el criterio de Findlay. Respecto a la madera Mohena, se incrementa de Moderadamente Resistente a Resistente. Finalmente la madera Catahua ligeramente disminuye su tasa de degradación, pero al final se mantiene su clasificación inicial de madera Resistente. El hongo tiene mayor incidencia sobre la madera Catahua sin tratamiento, deteriorando su superficie, pero esta acción no se presenta en la Catahua tratado con polímero.

5. Agradecimientos

Al Ing. Marco Linares y al Lic. Johnny Vargas por los servicios de irradiación de las muestras. A los técnicos Pablo Sosa y Wilfredo Pumahuacre por la preparación de las muestras de madera.

5. Bibliografía

- [1] Inforegion. Agencia de Prensa Ambiental. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.inforegion.pe/medio-ambiente/1188/comunidades-nativas-piden-al-gobierno-les-permita-exportar-madera-que-cuenta-con-sello-verde-fsc>
- [2] Bobadilla E A. Durabilidad Natural de la madera de cinco especies aptas para la industria de la construcción. [Tesis de Maestría]. Misiones, Argentina: Universidad Nacional de Misiones; 2004.
- [3] Gago J, *et al.* La radiación gamma en el mejoramiento de las propiedades físicas de compuestos polímero-madera. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2005. Lima: Perú; 2006. p. 71-77.
- [4] Maderas Tropicales en Perú. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.geocities.com/obregon22/madera-speruanas.html>
- [5] Bobadilla E. *et al.* Durabilidad de la madera del *Pinus taeda* L. impregnado con arseniato de cobre cromatado, frente a hongos xilófagos, misiones, Argentina. Floresta, Curitiba, PR, v. 37, n. 1, Enero/Abril. 2007.
- [6] Espinoza M. Hongos macroscópicos de la clase Basidiomycetes en el centro de Investigación Allpahuayo Loreto Perú, 2003. [serie en Internet]. Disponible en URL: http://www.iiap.org.pe/avances/pbio/informe_hongos.pdf
- [7] Gonzáles R. Preservación de postes de eucalipto para líneas aéreas de conducción de energía. Revista Forestal del Perú. 1977; 7(1-2): 1-12.
- [8] Papinutti VL, *et al.* Degradación de madera de álamo por *Fomes sclerodermeus*: producción de enzimas ligninolíticas en aserrín de álamo y cedro. Revista Iberoamericana de Micología. 2003; 20(1): 16-20.
- [9] Diaza B, Peri P. Ajuste de técnica de ensayo de la durabilidad de madera de *Populus nigra* en laboratorio. 1. Metodologías para el cálculo de la pérdida de peso. Publicación Técnica Forestal. N° 19, INTA, Santa Cruz, Argentina, 1999.

Procesamiento automatizado de datos generados mediante Dinámica Molecular[§]

Justo Rojas^{1,2,*}, Iván Lobato¹

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Física. Av. Canadá N° 1470, Lima 41, Lima, Perú.

² Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Ciencias Físicas, Av. Venezuela s/n, Lima 14, Perú

Resumen

Se presenta una nueva herramienta integrada de procesamiento automatizado de datos generados por paquetes o programas de dinámica molecular. El programa permite calcular importantes magnitudes como la función de correlación par, los índices mediante la técnica de análisis de vecinos comunes, conteo de nanopartículas y su distribución por tamaño, conversión de archivos entre diferentes formatos. En este trabajo se describe en detalle los módulos de la herramienta, la interconexión entre las mismas, se ilustran sus usos en ejemplos de aplicación en el cálculo de diversas propiedades de nanopartículas de plata.

Abstract

A new integrated tool for automated processing of data generated by molecular dynamics packages or programs has been developed. The program allows calculation of important values such as, pair correlation function, indexes through common neighbor analysis technique, counting of nanoparticles and its size distribution, file conversion among different formats. It is given detailed description of the modules and its interconnection as well as some examples of applications to calculate different properties of silver nanoparticles.

1. Introducción

En años recientes se han realizado investigaciones extensivas para entender el comportamiento de los materiales a escala nanométrica, principalmente al estudio de las nanopartículas. La dinámica molecular (DM) es una de las técnicas de simulación más usadas para obtener información detallada de los nanomateriales a nivel atómico [1-4].

Existen diferentes programas de simulación basados en la dinámica molecular (LAMMPS, XMD, Moldy, etc.), los cuales generan datos en diferentes formatos de salida (Cor, Pdb, Pos). Por ejemplo, los archivos de tipo Cor, generados mediante XMD, son archivos binarios en donde se guardan para cada paso de DM indicado, el número de átomos, las dimensiones de la caja, las coordenadas y velocidades de todos los átomos. Una de las tareas que consume bastante tiempo consiste en el tratamiento de gran cantidad de datos. Cada una de los mencionados paquetes incluye algunos programas utilitarios aislados, generalmente

diseñados para el caso de sistemas continuos o macizos.

En el Instituto Peruano de Energía Nuclear se desarrolla el programa CMD para realizar el tratamiento automatizado de datos de diferentes formatos de entrada (*.Cor, *.Pdb, *.Pos, *.e, *.b) con el objetivo de acelerar la investigación en el campo de estudio de los nanomateriales. En el presente trabajo se presenta la primera versión del programa, el cual se irá mejorando sobre la base de los comentarios y sugerencias de los posibles usuarios. El código fuente fue escrito en Delphi.

2. Descripción

El programa *CMD* tiene una interface gráfica bastante amigable para el usuario y está estructurada en forma de módulos independientes que aparecen en el menú principal.

* Correspondencia autor: jrojas@ipen.gob.pe

2.1 Módulo Count

Este módulo permite obtener las propiedades estadísticas como el número y tamaño de las nanopartículas contenidas dentro de la caja de simulación. La Figura 1 ilustra el cálculo del tamaño de una nanopartícula de Ag que consta de 2869 átomos a diferentes temperaturas.

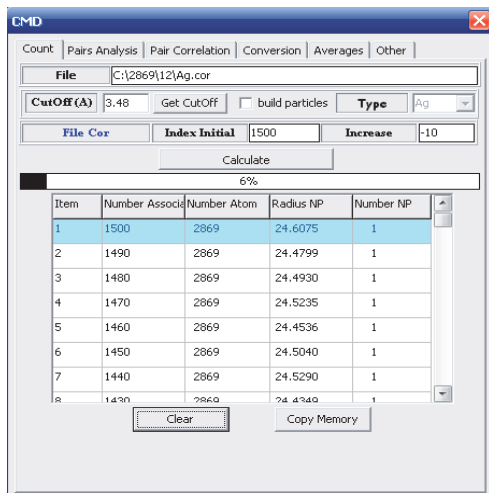


Figura 1. Captura de la ventana durante la ejecución del módulo *Count*.

Parámetros de entrada

File: Se escoge el tipo de archivo de entrada (*.Cor, *.Pdb, *.Pos).

CutOff: Máxima distancia (en angstroms) en la cual se considera que existe enlace entre dos átomos.

Build Particles: Si esta opción está marcada se crea un archivo Pdb, después de la reconstrucción de las nanopartículas en las fronteras, ver Figura 2b.

Type: Se añade los elementos químicos, para la reconstrucción de archivo Pdb. Esta opción se activa cuando la opción *Build Particles* está marcada.

Index Initial, Increase: Solamente activo para los archivos Cor. Sirve para la asociación de un número para cada configuración en el archivo de tipo Cor.

Botones de ejecución

Get CutOff: Usado para seleccionar un tipo de archivo Pos o Pdb, del cual se obtendrá la distancia de enlace.

Calculate: Ejecuta el algoritmo necesario para el cálculo del radio medio, número de partículas promedio.

Clear: Borra los elementos de la tabla.

Copy memory: Copia los elementos de la tabla a memoria.

Datos de Salida

Number Associate: Es el número asociado a una configuración del archivo Cor.

Number Atom: Número de átomos promedio de las nanopartículas.

Radius NP: Radio promedio de las nanopartículas.

Number NP: Número total de las nanopartículas.

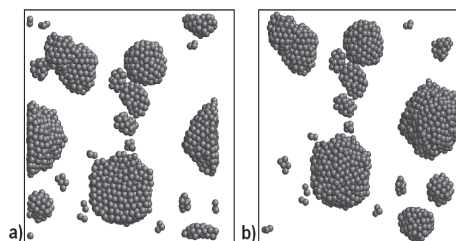


Figura 2. a) Visualización de entrada de un archivo Pdb de las posiciones de los átomos en las nanopartículas, b) Nanopartículas reconstruidas en las fronteras de la caja.

La Figura 2 ilustra el proceso de reconstrucción de las nanopartículas, obtenidas en las simulaciones utilizando condiciones de frontera periódica.

En las Figuras 3 y 4 se muestran ejemplos de cálculo del número y tamaño de las nanopartículas de Ag que se forman durante el enfriamiento a partir de la fase gaseosa a diferentes condiciones, respectivamente.

2.2 Módulo Pair Analysis

Aquí se encuentran las opciones necesarias para calcular los índices característicos de las estructuras FCC, BCC, icosaedricas, etc. mediante la técnica de análisis de pares desarrollada por Honeycutt y Anderson [5,6].

Parámetros de entrada

File: Solicita ruta y nombre del archivo de entrada, que puede ser del tipo (*.cor, *.pdb, *.pos) y contener una o más configuraciones.

CutOff y Index Initial, Increase: Tienen el mismo significado que en el módulo *Count*.

Index: Se coloca el índice que desea extraer para una o diferentes configuraciones.

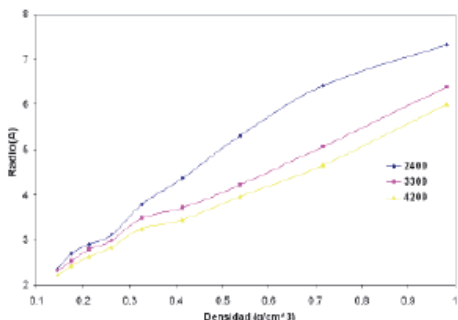


Figura 3. Gráfico de salida obtenidas con el programa CMD de un archivo Cor, en la cual se grafica en número de las nanopartículas de Ag formadas después del enfriamiento como función de la densidad a partir de diferentes temperaturas.

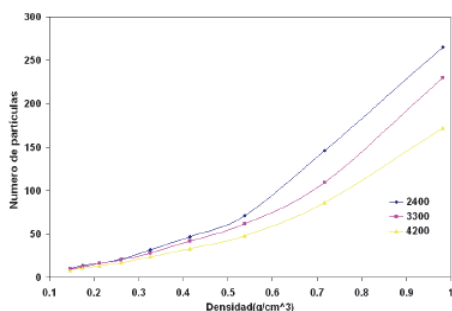


Figura 4. Gráfica de salida obtenidas con el programa CMD de un archivo Cor, en la cual se grafica el radio promedio de las nanopartículas de Ag formadas después del enfriamiento para diferentes densidades y temperaturas.

Botones de ejecución

Get CutOff: Igual significado que en el módulo *Count*

Calculate all indexes: Busca y calcula todos los índices de pares del archivo de entrada.

Extract Index: Extrae el índice respectivo para una o diferentes configuraciones.

En la Figura 5 se ilustra el cálculo, a partir del archivo Ag.cor, de todos los índices de la nanopartícula correspondientes a temperaturas desde 1500 K hasta 300 K con un incremento de -10 K.

Datos de Salida

Al ejecutar *Calculate all indexes* el programa genera una carpeta con el nombre “**Index vs Temperature**” en el mismo directorio del archivo seleccionado en la cual genera archivos de salida con extensión IND, que contienen todos los índices para cada configuración de entrada (cada temperatura).

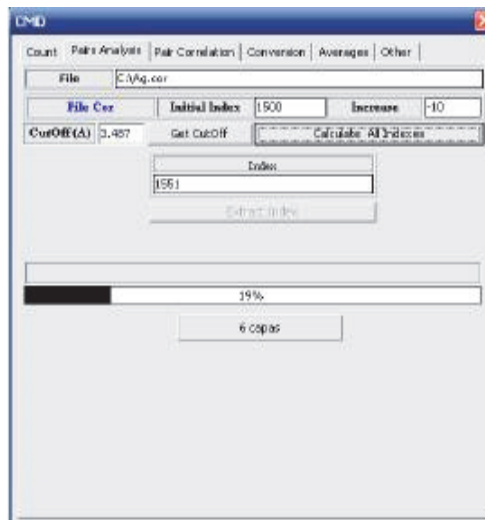


Figura 5. Captura de la ventana con el módulo Pair Analysis ejecutándose.

Al ejecutar *Extract Index* el programa genera una carpeta con el nombre “**Index principal**” en el mismo directorio del archivo seleccionado en la cual guarda archivos de salida con extensión INDTEMP, con los índices principales (escogidos) como función de la temperatura.

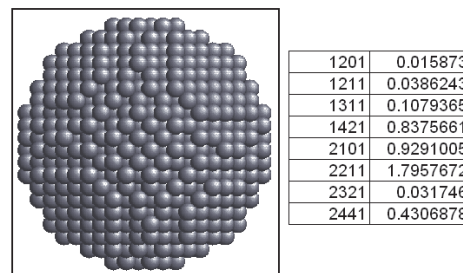


Figura 6. Índices obtenidos con el programa CMD de un archivo Pdb para el caso de una nanopartícula de 2112 átomos.

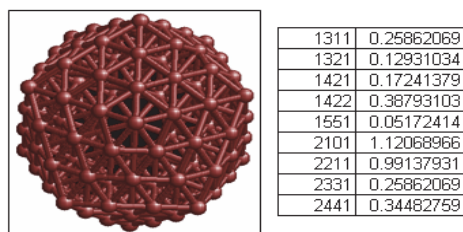


Figura 7. Radio promedio de los clusters como función de la densidad del gas.

Las Figuras 6 y 7 muestran dos nanopartículas de diferentes morfologías (FCC e Icosaedral, respectivamente) para los cuales se han calculado todos los índices y sus respectivas poblaciones. En la tabla al costado de las imágenes se presentan los valores de algunos de los más representativos índices.

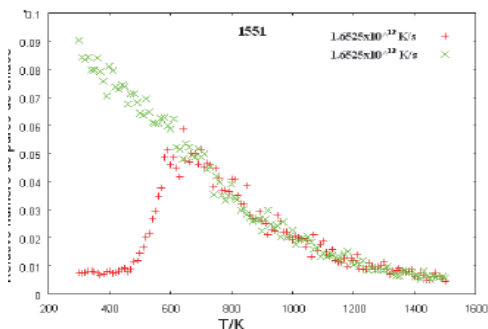


Figura 8. Variación de número relativo de los índices 1551 (+ $K_1 = 1.6525 \times 10^{12}$ K/s, x -- $K_2 = 1.6525 \times 10^{13}$ K/s).

En la Figura 8 se presenta la variación con la temperatura del índice 1551 (característica de la simetría icosaedral) en la nanopartícula de plata enfriada con dos velocidades diferentes, mientras que la Figura 9 muestra la variación del índice 1421 (característica de la estructura FCC).

2.3 Módulo Pair Correlation

Este módulo está diseñado para el cálculo de la función de correlación par $g(r)$ [3] de cualquier configuración atómica. Puede calcular el $g(r)$ en forma separada de las partes interna y externa de la nanopartícula. En la Figura 10 se ilustra el proceso de cálculo de $g(r)$ de la nanopartícula a diferentes temperaturas.

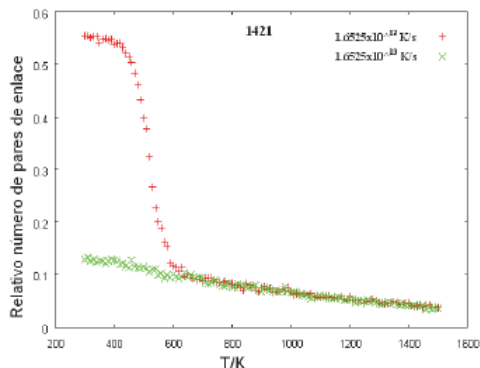


Figura 9. Variación de número relativo de los índices 1421 (+ $K_1 = 1.6525 \times 10^{12}$ K/s, x -- $K_2 = 1.6525 \times 10^{13}$ K/s).

Parámetros de entrada

File: Solicita el nombre y ruta del archivo de entrada de tipo (*.Cor, *.Pdb, *.Pos).

Radius Initial: Distancia inicial a partir del cual comienza el cálculo de $g(r)$.

Radius End: Distancia final hasta donde se extiende el cálculo de $g(r)$.

N. of Shell: Número total de divisiones entre el radio inicial y final.

Surface X, Y, Z: Esta opción activa o desactiva las condiciones de frontera periódica del Box para el cálculo de la función de correlación par.

Index Initial, Increase: Solamente activo para los archivos Cor. Sirve para la asociación de un número para cada configuración en el archivo Cor.

OneNanoparticle: Se activa esta opción para hallar la correlación par de la parte interna y total.

Percentage: Esta opción indica la forma de separar la parte interna de la partícula (en porcentaje del radio o en un valor dado).

Radius Inner: Se ingresa el porcentaje respecto al radio o un valor en nanómetros, dependiendo si *Percentage* es activado o no.

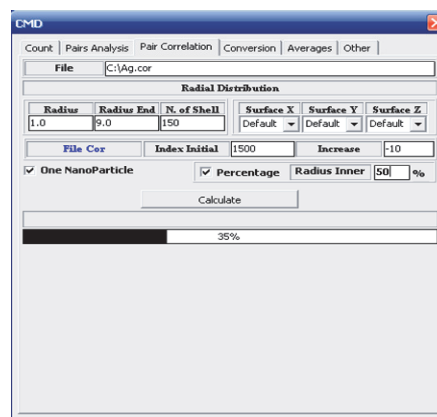


Figura 10. Captura de la ventana con el módulo *Pair correlation* en ejecución.

Botones de ejecución

Calculate Obtiene la correlación par de una o varias configuraciones dadas.

Datos de Salida

Al ejecutar *Calculate* el programa genera una carpeta con el nombre "Pair Correlation" en el mismo directorio del archivo seleccionado en la cual guarda archivos de salida con

extensión gr, para cada configuración de entrada.

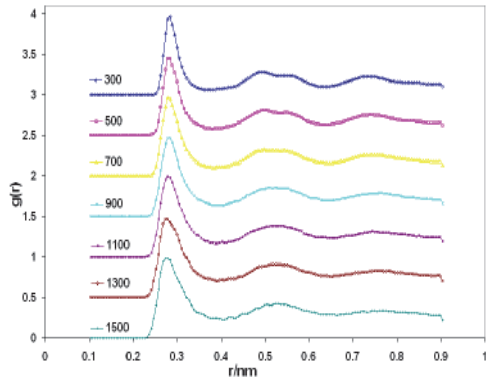


Figura 11. Las funciones de correlación par de una nanopartícula correspondientes a diferentes temperaturas durante el proceso de enfriamiento con velocidad 1.6525×10^{13} K/s.

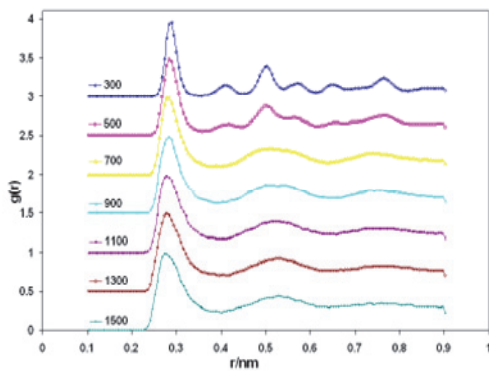


Figura 12. Las funciones de correlación par de una nanopartícula correspondientes a diferentes temperaturas durante el proceso de enfriamiento con velocidad 1.6525×10^{12} K/s.

2.4 Módulo Averages

Aquí se encuentran las opciones necesarias para obtener el promedio de cualquier columna de una serie de datos. La Figura 13 ilustra el proceso de cálculo de los promedios de las energías total, potencial y cinética para diferentes temperaturas.

Parámetros de entrada

File: Admite cualquier tipo de archivo de datos organizado en columnas.

Col X: Se ingresa la columna de la serie de datos con respecto al cual se va a promediar.

Inicial Col: Dato de la columna X desde la cual se comenzara a promediar las otras columnas.

End Col: Dato de la columna X hasta la cual se promediará las otras columnas.

Increase: Es el incremento en la cual se desplazará *Inicial Col* y *End Col* para promediar las otras columnas.

Inicial X: Valor asociado a *Inicial Col*.

End X: Valor asociado a *End Col*.

Increase X: Es el incremento en la cual se desplazara *Inicial X* y *End X* al promediar las otras columnas.

Col A, Col B, Col C: Columnas a promediar respecto a la columna X.

Operation A, Operation B, Operation C: Se realiza una operación sobre una determinada columna.

Factor A, Factor B, Factor C: Es el factor que realizara la respectiva operación asignada.

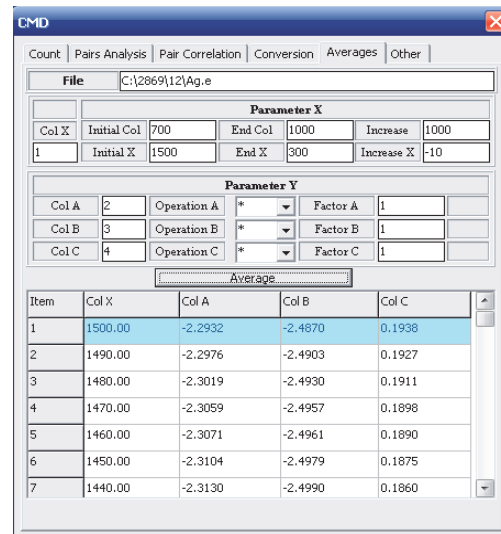


Figura 13. Captura de la ventana con el módulo Averages en ejecución.

Botones de ejecución

Average: Obtiene el promedio de la columna A, B, C de los datos.

Datos de Salida

Al ejecutar *Average* el programa genera un archivo de salida con extensión *Ave*, en la cual se encuentra el promedio de las columnas A, B, y C asociados a un valor de la columna X.

En la Figura 14 se presenta un ejemplo de cálculo de de los valores medios de la energía total de la nanopartícula correspondientes a diferentes temperaturas, obtenida con la ayuda del módulo *Average*.

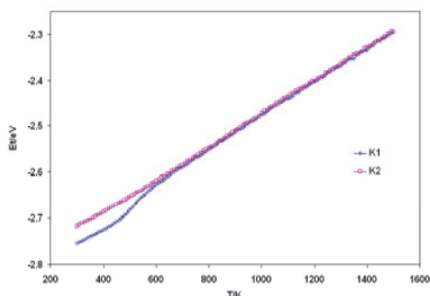


Figura 14. Variación de la energía total versus temperatura de las nanopartículas de Ag correspondientes a 2 velocidades de enfriamiento ($K_1 = 1.6525 \times 10^{12} \text{ K/s}$, $K_2 = 1.6525 \times 10^{13} \text{ K/s}$).

2.5 Módulo Conversión

Diseñada con la finalidad de conversión entre archivos Cor, Pos, Pdb. En la Figura 15 se muestra un ejemplo de conversión de archivos tipo Cor a Pdb.

Parámetros de entrada

Conversión de Cor a Pdb, Pos

Cor File: Se escoge un archivo de entrada tipo Cor.

Pdb, Pos: Tipo de archivo de salida.

Type: Se añade los símbolos de los

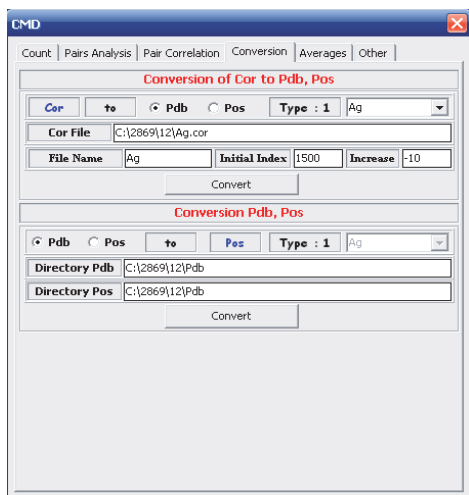


Figura 15. Captura de la ventana de ejecución del módulo **Conversión**.

elementos químicos, para la reconstrucción de archivo Pdb.

Filename: Nombre de los archivos de salida (Pos, Pdb).

Index Initial, Increase: Sirve para la asociación de un número para cada configuración en el archivo Cor.

Conversión Pdb, Pos

Directory Pdb: Se escoge la carpeta donde se encuentran o se almacenaran los archivos Pdb.

Directory Pdb: Se escoge la carpeta donde se encuentran o se almacenaran los archivos Pos.

Pdb, Pos: Tipo de archivo de entrada.

Type: Se añade los elementos químicos, para la reconstrucción de los archivos Pdb.

Datos de Salida

Al ejecutar *Conversion* el programa crea una carpeta con el nombre dependiendo del tipo de archivos (**Pos**, **Pdb**) y sus respectivos archivos de salidas correspondiente a la conversión.

4. Conclusiones

Se ha logrado desarrollar una herramienta muy útil de procesamiento automatizado de datos generados por programas de dinámica molecular. El utilitario es un programa modular interactivo con interface gráfica amigable y permite operar con diferentes tipos de datos como Cor, Pdb, Pos, XYZ, text. Los módulos utilitarios, principalmente el de análisis de pares y función de correlación par, permiten economizar sustancialmente el tiempo de procesamiento al permitir, por ejemplo, calcular las magnitudes de interés secuencialmente para diferentes valores de temperatura.

5. Referencias

- [1]. Binder K, Horbach J, Kob W, Paul W, Varnik F. *J. Phys.: Condens. Matter.* 2004; 16:5429-5453
- [2]. Duan Wen S, Ming L, Ling Guang H, Lin KH. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.*, 2008; 16: 025009.
- [3]. Chen M, Guo Z, Han XJ. *J. Phys.: Condens. Matter.* 2004; 16:705-713.
- [4]. Lumen N, Kraska T. *Nanotechnology.* 2005; 16:2870-2877.
- [5]. Honeycut JD, Anderson HC. *J. Phys. Chem.* 1987; 91:4950.
- [6]. Jonsson H, Anderson HC. *Phys. Rev. Lett.* 1988; 60:2295.

§ Publicado en la Rev. Inv. Fís. 2008 dic; 11(1):43-48.

III. Ingeniería Nuclear

Determinación del tiempo muerto de la cadena de arranque de un reactor nuclear

Agustín Zúñiga*, Emilio Veramendi, Arturo Ramón, Edgar Ovalle, Fernando Ramos,
Pedro Canaza
Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

En el trabajo presentamos la medición del tiempo muerto de las cadenas de arranque de los reactores nucleares RP-0 y RP-10, los cuales disponen en el régimen de arranque detectores proporcionales de neutrones BF3 y cámaras de ionización de fisión (CF) respectivamente. Su determinación se basó en el modelo no paralizante del detector. Se utilizó como fuente de neutrones al reactor que varía en el tiempo de manera exponencial luego de una pequeña inserción de reactividad positiva. El ajuste no lineal al modelo permitió la determinación de los tiempos muertos mediante la minimización de la función Chicuadrado. Los valores obtenidos fueron, BF3: $19,96 \times 10^{-6} \text{ s} \pm 0,02 \times 10^{-6} \text{ (s)}$ y CF: $2,52 \times 10^{-6} \text{ s} \pm 0,01 \times 10^{-6} \text{ s}$.

Abstract

In this work the measurement of the dead time of the neutron detection initiation chains of the RP-0 and RP-10 nuclear reactors is presented. Those reactors have proportional detector (BF3) and ionization chamber fission (CF) respectively. The determination is based on the model non-paralizable detector. The reactor varies on time in an exponential way right after a little insertion of positive reactivity and it was used like a source of neutrons. The nonlinear adjustment to the model allowed the determination of the dead time through minimization of the Chi square. The obtained values were BF3: $19.96 \times 10^{-6} \text{ s} \pm 0.02 \times 10^{-6} \text{ s}$ and CF: $2.52 \times 10^{-6} \text{ s} \pm 0.01 \times 10^{-6} \text{ s}$.

1. Introducción

El control de la operación de un reactor nuclear se realiza desde una consola mediante cadenas nucleares que observan la evolución de la población neutrónica y la limitan mediante las barras de control. El “ojo” electrónico que “ve” la población neutrónica la constituyen los detectores, que mediante reacciones nucleares, nos dicen de la presencia y cantidad de neutrones en el medio, o en el núcleo. La población neutrónica registrada por el escalímetro de las cadenas de arranque, en algunos experimentos es un dato importante. Entonces, es necesario conocer el tiempo muerto de los detectores correspondientes. En este trabajo se mide los tiempos muertos para las cadenas de arranque en los reactores RP-0 y RP-10, mediante el modelo no paralizante de detectores y metodologías de ajuste a funciones no lineales en los parámetros. Estas metodologías son un tanto experiencia y arte.

2. Marco Teórico

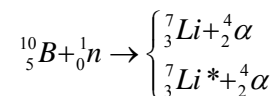
2.1 Detección de neutrones

Los neutrones en un reactor nuclear se suelen clasificar según su energía, en térmicos

menores que 0,1 eV, rápidos mayores que 1 MeV y los intermedios entre estas dos cotas.

En reactores como el RP-0 y RP-10, la mayor cantidad de fisiones se producen con neutrones térmicos; por esa razón, los detectores deben estar orientados a su vigilancia, se les denominan detectores de bajas energías [2].

Como los neutrones no poseen carga, su detección es indirecta, a través de reacciones nucleares, las cuales pueden generar subproductos como partículas cargadas (electrones, alfas, fragmentos de fisión). Las reacciones más usadas en este rango de energías son las correspondientes al Boro, Helio y Uranio. Que luego se convierten en los detectores de BF3 (trifluoruro de boro, utilizado en el reactor RP-0), Helio 3 (utilizado en experimentos) y cámaras de fisión (utilizado en el reactor RP-10). Para el caso de la cadena de arranque del RP-0, la reacción nuclear empleada es:



* Correspondencia autor: azuniga@ipen.gob.pe

La primera deja la reacción en el estado fundamental con $Q=2,792$ MeV y la segunda en algún estado excitado con $Q=2,310$ MeV.

Para el caso de los neutrones térmicos, el 94 % conducen reacciones de estado excitado y solo el 6 % al estado fundamental. La sección transversal para estos neutrones es de 3840 barns, su uso se sustenta en la facilidad de disponer B10 altamente enriquecido. En la naturaleza solo hay 19.8 %.

2.2 Tiempo muerto

Los detectores pueden ser de dos tipos, en función a como tratan el tren de radiaciones que les llega, el paralizable y no paralizable, para el caso del RP-0, se sigue el segundo comportamiento. Durante intervalo de tiempo el detector está procesando la información recibida cualquier radiación que llegue en ese lapso, no va a ser colectada (detectada) por lo que se considera perdida. Este tiempo denominado tiempo muerto, debe ser determinado para recuperar el número de radiaciones reales que están llegando al detector. Esa pérdida debe ser añadida al valor leído (m) y con ello se puede corregir y determinar el valor real (n). La relación básica para estos detectores es:

$$m(t) = \frac{n(t)}{1+n\tau}$$

Donde:

n : número de partículas que ingresan al detector por unidad de tiempo. (s^{-1})

m : número de cuentas leído en el Escalímetro por unidad de tiempo. (s^{-1})

τ : tiempo muerto del detector. (s)

2.3 Fuente de neutrones

La fuente de neutrones cuya intensidad permite observar el efecto del tiempo muerto en el detector fueron los reactores RP-0 y RP-10, que estando en el nivel crítico, súbitamente los hacemos crecer, mediante la extracción de una pequeña porción de barra de control, con lo que la población neutrónica evolucionará de forma exponencial, con una constante de crecimiento, α , con lo que la expresión que corresponde al número de partículas incidentes reales sobre el detector tendrá la forma:

$$n(t) = n_0 e^{\alpha t}$$

Donde, n_0 , representa el valor de la población neutrónica en el estado crítico. Con esta

expresión el modelo para los contajes medidos es:

$$m(t) = \frac{n_0 e^{\alpha t}}{1+n_0 e^{\alpha t} \tau}$$

Para la determinación del tiempo muerto, el método se reduce a utilizar los datos medidos y a partir de ellos ajustar a la función no lineal expuesta y obtener los parámetros incorporados.

Es lógico que queden pendientes algunos parámetros como la eficiencia del detector. También es probable que durante la operación no podamos mantener la evolución exponencial para una sola inserción de reactividad, por lo que se tendrá que intentar mantener esta forma mediante pulsos de inserción de reactividad positiva.

3. Desarrollo Experimental

Los dispositivos electrónicos que constituyen la cadena de arranque son: el detector, el alta tensión, preamplificador, amplificador – conformador, discriminador, Impulsímetro, Escalímetro (Figura 1).



Figura 1. Módulos de la cadena de arranque del reactor RP-0 desde mesa de control.

El procedimiento seguido en el experimento fue el siguiente:

- Se asegura que la cadena nuclear del reactor para el arranque esté en condiciones óptimas de operatividad.
- El reactor se pone a crítico para una población neutrónica no superior a 10 000 cuentas por segundo. Se recomienda 3000 cuentas.
- Se registran todas las condiciones de operación (posición de barras de control, tiempo de inicio).
- Se toman datos de la población neutrónica de inicio (crítico).
- Para facilitar la toma de datos se incrementa en el escalímetro el intervalo de

tiempo de colección estableciéndose 2 segundos.

f) Se inserta una pequeña reactividad positiva correspondiente a un período positivo de unos 100 segundos, o un valor de 10 pcm.

g) Se inicia la colección del contejo cada 2 segundos hasta un valor aproximado de 90 000 cuentas por segundo.

h) Se grafican los resultados, de contejos registrados versus tiempo, para luego realizar el análisis de datos correspondiente.

Nota:

Si el reactor no puede mantenerse evolucionando después de esa inserción de reactividad entonces se debe pulsar la barra de manera que esta no decaiga.

4. Resultados

4.1 Visualización de datos

Los datos se obtuvieron por cada dos segundos, los que para el análisis se llevaron a un segundo (por división simple) y el error correspondiente para cada dato se determinó a través de la estadística de Poisson (raíz cuadrada de cada valor). En las Figuras 2 y 3 (para el RP-0), 4 y 5 (para el RP-10) se representan los datos obtenidos a escala lineal y logarítmica, respectivamente, a fin de ver el comportamiento de dicha población con el tiempo, particularmente lineal para tiempos iniciales.

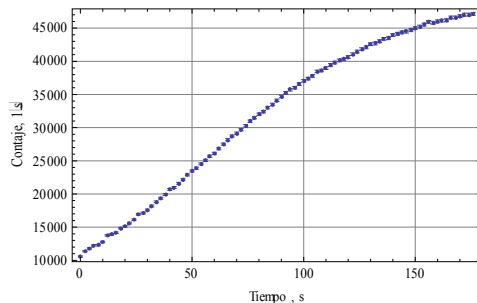


Figura 2. Datos obtenidos durante el experimento, para el caso del detector BF3 (RP-0), las lecturas provienen del Escalímetro en intervalos de 1 segundo.

4.2 Análisis de datos

Para realizar la búsqueda de los mejores valores de los parámetros (n_0, α, τ) , emplearemos el principio de máxima verosimilitud, que conduce a la minimización de la función Chicuadrado, dada por:

$$\chi^2(n_0, \alpha, \tau, t) = \sum_{i=1}^N \frac{(m(t_i) - \frac{n_0 e^{\alpha t_i}}{1 + n_0 e^{\alpha t_i / \tau}})^2}{\sigma_i^2}$$

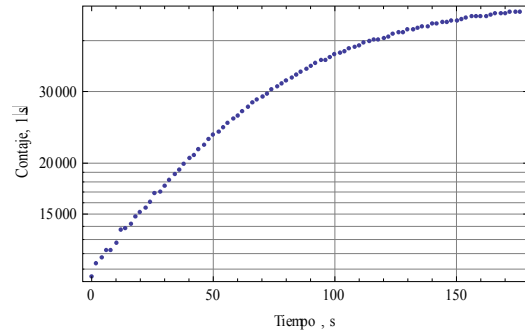


Figura 3. Datos en escala semilogarítmica correspondiente al BF3 (RP-0).

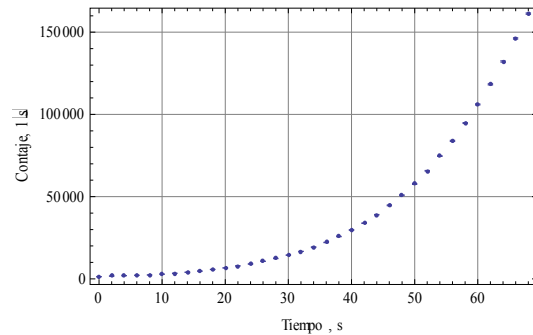


Figura 4. Datos obtenidos durante el experimento, para el caso de la cámara CF1 (RP-10), las lecturas provienen del Escalímetro en intervalos de 1 segundo.

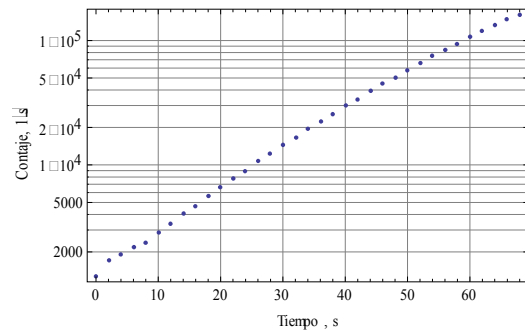


Figura 5. Datos en escala semilogarítmica correspondiente a la CF1 (RP-10).

Para determinar el error de cada parámetro se utiliza la propiedad cuadrática de la función Chicuadrado alrededor del valor del parámetro que minimiza dicha función.

$$\chi^2(a_j) = \frac{(a_j - a_j')^2}{\sigma_j^2} + C$$

Dónde el mínimo ocurre en a_j' . Esta propiedad en términos operativos nos dice que si logramos identificar el valor que minimiza la función chicuadrado, y hacemos variar el parámetro en una unidad, entonces la magnitud de la separación será justamente, el error del parámetro, σ_j .

La otra propiedad que utilizamos es la obtención de una parábola dado tres puntos separados la misma distancia, esto es: un valor mayor (χ_1), el siguiente menor (χ_2), y el siguiente mayor (χ_3), para tres valores del parámetro, con ello aseguramos que el mínimo local está entre ellos. Las relaciones básicas del mínimo y el error son:

$$a_j' = a_{j3} - \Delta a_j \left[\frac{\chi_3^2 - \chi_2^2}{\chi_1^2 - 2\chi_2^2 + \chi_3^2} + \frac{1}{2} \right]$$

$$\sigma_j = \Delta a_j \sqrt{2(\chi_1^2 - 2\chi_2^2 + \chi_3^2)^{-1}}$$

Igualmente, la incertidumbre puede determinarse a partir de la segunda derivada de la relación cuadrática, antes presentada:

$$\sigma_j^2 = 2 \left(\frac{\partial^2 \chi^2}{\partial a_j^2} \right)^{-1}$$

En las tablas del Chicuadrado se acostumbra presentar en valores del Chicuadrado reducido, definido como:

$$\chi_v^2 = \frac{\chi^2}{v}$$

Donde:

v= (N-p) grados de libertad.

N: número de puntos.

p: número de parámetros.

4.3 Búsqueda de parámetros

El esquema de trabajo será el siguiente:

- P1) Se dan valores iniciales a los parámetros.
- P2) Se determina el valor de Chicuadrado.
- P3) Se escoge a uno de los parámetros como variable y los otros dos se mantienen constantes.
- P4) Se incrementa el valor del parámetro variable.
- P5) Se determina el valor del Chicuadrado.
- P6) Se compara con el valor anterior (P2 – P5).
- P7) Si el valor es positivo se hace un nuevo incremento y se continúa como el paso P4.
- P8) Si el valor es negativo, entonces se para.
- P9) Se fija este parámetro.
- P10) Se escoge un nuevo parámetro como variable y se reinicia desde el paso P3.
- P11) Siguiendo los pasos anteriores se logra determinar los tres valores que minimizan Chicuadrado.

P12) Para cada valor del parámetro óptimo se escogen tres valores espaciados similarmente que son mayor (χ_1), menor (χ_2) y mayor (χ_3).

P13) Se determina el mínimo del parámetro.

P14) Se determina el valor del Chicuadrado en el mínimo.

P15) Se determina el valor del parámetro que incrementa el Chicuadrado en 1.

P16) Se hace la diferencia del valor de Chicuadrado del paso P13 del P15.

P17) Se determina el error del parámetro.

Para estimar los valores de inicio en la búsqueda de la minimización, se comienza asumiendo que para los tiempos cercanos al inicio del experimento los datos suben exponencialmente, se considera así los primeros puntos (14 a los 38 segundos). En un gráfico semilogarítmico se comportan de manera lineal (Figura 6) para el caso del RP0. Igual, procedimiento se realiza para el RP10. Luego de un ajuste lineal la población neutrónica evoluciona según las expresiones siguientes (BF3:RP0 y CF1: RP10):

$$BF3: 9.32515 + 0.151792 t$$

$$CF1: 7.25075 + 0.07707 t$$

El intercepto en escala lineal podría representar el valor inicial de n_0 ($=E^{9.32515} = 11216.6$ y $E^{7.25075} = 1409.16$), y la pendiente el parámetro α ($=0.0151792$ y 0.07707). Y como valor de inicio del tercer parámetro τ , asumimos ($=0.000001$ s).

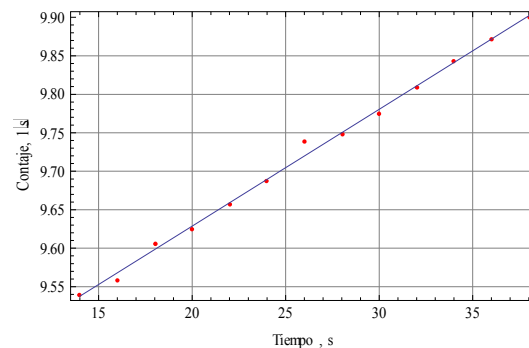


Figura 6. Variación de los datos exponencial al inicio de la evolución, para el BF3. Cuando se grafican sus logaritmos, entonces la respuesta es una recta.

Para facilitar el trabajo se construye una función del Chicuadrado en función de los parámetros, con ella se irá variando los valores de alguno de ellos y la respuesta se comparara con las anteriores:

$$\chi^2(a1_ , a2_ , a3_) = \sum_{i=1}^N \frac{(m(t_i) - \frac{a1 e^{a2 t_i}}{1 + n a1 e^{a2 t_i} a3})^2}{\sigma_i^2}$$

Con esta función y los valores iniciales de los parámetros el valor del Chicuadrado inicial resulta:

$$\chi^2[11216.1, 0.0151792, 0.000001] = 2.18227 \times 10^6$$

$$\chi^2[1409.16, 0.07707, 0.000001] = 48044.3$$

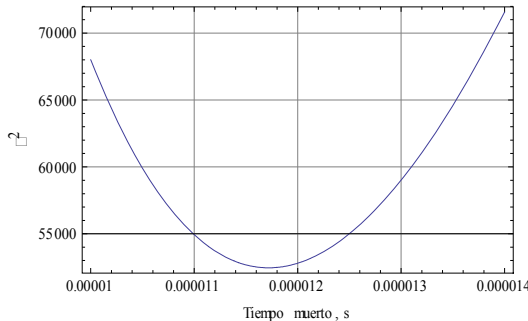


Figura 7. Determinación del parámetro variable, τ , que minimiza la función χ^2 , mientras que los otros parámetros se mantienen fijos. Para el caso BF3.

Como era de esperarse son valores extremadamente grandes, por lo que con la variación de los parámetros buscaremos minimizarla. Comenzamos la minimización escogiendo arbitrariamente como variable al parámetro a3 (tiempo muerto), mientras que los otros parámetros (a1 y a2) se mantienen fijos.

Luego procedemos a incrementar el valor del parámetro a3, que reducen el valor del χ^2 hasta un mínimo, como se observa en la Figura 7.

Valor del parámetro a3* que minimiza χ^2

Para determinar el valor del parámetro, a3*, que minimiza χ^2 , procedemos a determinar tres valores que cumplan la condición del método (uno mayor, otro menor y el siguiente mayor), separados en pasos iguales, $\Delta a3$:

BF3:

$$\chi^2_{31} = \chi^2[0.0000116] = 52524.8$$

$$\chi^2_{32} = \chi^2[0.0000118] = 52489.3$$

$$\chi^2_{33} = \chi^2[0.0000120] = 52803.4$$

CF1:

$$x1 = \chi^2[0.00000251] = 274.077$$

$$x2 = \chi^2[0.00000252] = 272.287$$

$$x3 = \chi^2[0.00000253] = 273.554$$

Considerando que ellas siguen una función cuadrática alrededor del mínimo, entonces

podemos ajustarla a una parábola y determinar su mínimo, que para el caso fue (Figura 8):

BF3: $a3^* = 11.72041 \times 10^{-6} \text{ s}$
 CF1: $a3^* = 2.52086 \times 10^{-6} \text{ s}$

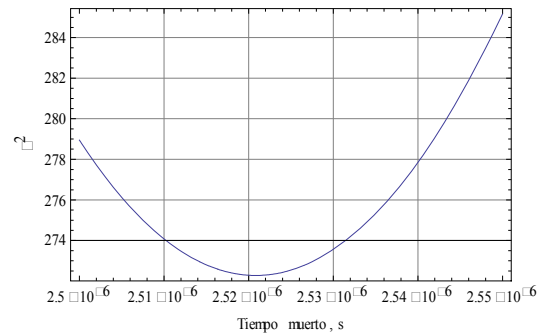


Figura 8. Determinación del parámetro variable, τ , que minimiza la función χ^2 , mientras que los otros parámetros se mantienen fijos. Para el caso CF1.

Valor de la incertidumbre de a3*

Para determinar la incertidumbre de a3*, incrementamos a3, hasta que el valor de $\chi^2(a1, a2, a3)$ se incremente en uno respecto a $\chi^2(a1, a2, a3^*)$, si esto ocurre, entonces el desplazamiento en a3, habrá sido exactamente σ_{a3^*} :

BF3: $\sigma_{a3^*} = 1.41 \times 10^{-8} \text{ s}$
 CF1: $\sigma_{a3^*} = 5.38 \times 10^{-8} \text{ s}$

El resultado del parámetro a3 (tiempo muerto, τ) en esta primera corrida resultó:

BF3:

$$\tau = 11.72 \text{ microsegundos}$$

$$\sigma_\tau = 0.01 \text{ microsegundos}$$

CF1:

$$\tau = 2.47 \text{ microsegundos}$$

$$\sigma_\tau = 0.05 \text{ microsegundos}$$

Repetimos este procedimiento para los dos parámetros restantes y los resultados correspondientes para el parámetro a2 fueron:

BF3:

$$\alpha = 0.0156 \text{ s}^{-1}$$

$$\sigma_\alpha = 0.0002 \text{ s}^{-1}$$

CF1:

$$\alpha = 0.07720 \text{ s}^{-1}$$

$$\sigma_\alpha = 0.00002 \text{ s}^{-1}$$

Y para el parámetro a1:

BF3:

$$n_0 = 12475$$

$$\sigma_{n0} = 14$$

CF1:

$$n_0 = 1420.08$$

$$\sigma_{n0} = 1.54$$

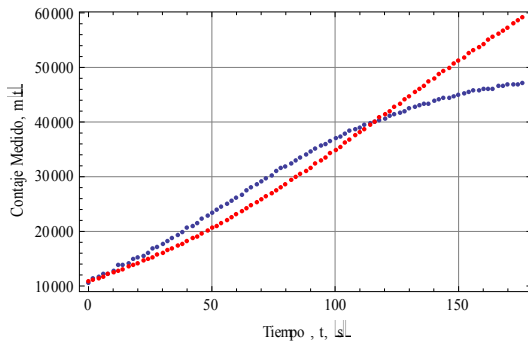


Figura 9. Comparación, para el caso BF3, entre los valores medidos (azul) con los valores del modelo para los parámetros obtenidos (rojo). Se observa bastante divergencia.

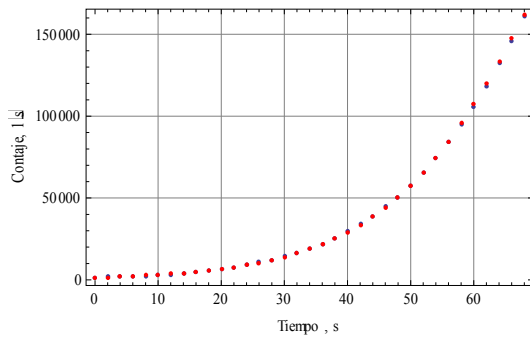


Figura 10. Comparación, para el caso CF1, entre los valores medidos (azul) con los valores del modelo para los parámetros obtenidos (rojo). Se observa bajísima discrepancia.

Valor del Chicuadrado reducido

Con el fin de evaluar si el ajuste estuvo bueno, determinamos el valor del Chicuadrado reducido (χ^2_v), para los valores obtenidos, resultando:

BF3: $\chi^2_v = 482.51$

CF1: $\chi^2_v = 9.61$

Este valor resulta bastante grande para el BF3, pero no para el caso CF1. Por lo que el ajuste para el primer caso debe mejorarse y si se puede también para el segundo. La comparación de los datos medidos y provenientes del modelo, se muestra en la Figura 8.

5. Discusión de resultados

a) En primer lugar tratamos de modificar los parámetros a_1 , a_2 , y a_3 , de manera que se logre un menor valor de χ^2_v ; esto se logra si los parámetros son:

$a_1 = 14000$, $a_2 = 0,023 \text{ s}^{-1}$, $a_3 = 0,00002 \text{ s}$
con valor del Chicuadrado reducido:

$\chi^2_v = 1,228$

Este valor para los grados de libertad 86 correspondiente representa un valor mucho mejor, y por ende un mejor ajuste, el cual se observa en el comportamiento de los valores medidos y ajustados mostrados en la Figura 11.

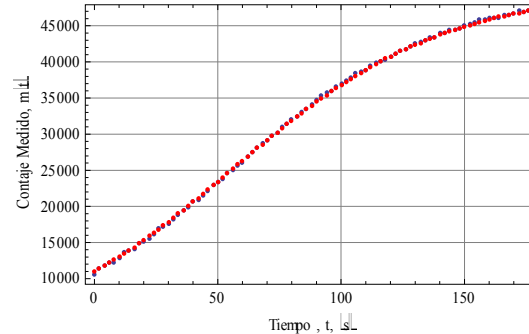


Figura 11. Comparación entre los valores medidos (azul) con los valores ajustados (rojo), para la segunda corrida, observando una mejor aproximación, alcanzado el valor de $\chi^2_v=1.23$.

b) Se puede ir disminuyendo χ^2_v , en una corrida adicional con lo que se obtuvieron los valores siguientes:

$n_0 = 13923$

$\sigma_{n_0} = 24$

$\alpha = 0.02298 \text{ s}^{-1}$

$\sigma_\alpha = 0.00003 \text{ s}^{-1}$

$\tau = 0.00001996 \text{ s}$

$\sigma_\tau = 0.00000150 \text{ s}$

Y el valor del Chicuadrado reducido de:

$\chi^2_v = 1.022$

El cual refleja el mejor ajuste. Por lo que los valores recomendables obtenidos son estos últimos. La comparación se presenta en la Figura 12.

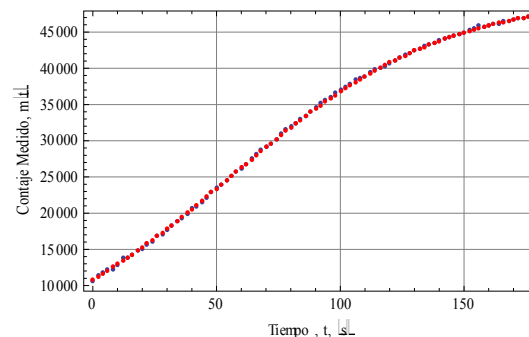


Figura 12. Comparación, para el caso BF3, de los resultados medidos con el modelo obtenido, para el valor del Chicuadrado reducido de $\chi^2_v=1.02$.

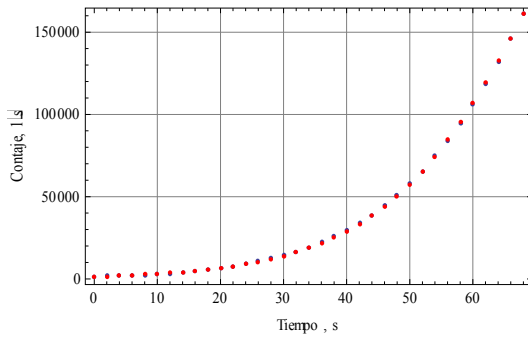


Figura 13. Comparación, para el caso CF1, de los resultados medidos con el modelo obtenido, para el valor del Chicuadrado reducido de $\chi_v^2=8.50$.

c) Para el caso del RP-10 se hizo lo propio pero el valor no se redujo, obteniéndose finalmente (Figura 13):

$$n_0 = 1420.48$$

$$\sigma_{n_0} = 1.54$$

$$\alpha = 0.07720 \text{ s}^{-1}$$

$$\sigma_\alpha = 0.00002 \text{ s}^{-1}$$

$$\tau = 0.00000252 \text{ s}$$

$$\sigma_\tau = 0.0000001 \text{ s}$$

$$\chi_v^2 = 8.50$$

d) De acuerdo con el modelo el tiempo muerto está presente desde el inicio del experimento, independiente del tren de radiaciones que llegue. Así para el tiempo $t=0$, el valor real ($n(0)$), correspondiente al medido, $m(0)$, puede ser determinado de dos maneras: la primera a partir del valor medido, y la segunda a partir del valor ajustado. Para ello las relaciones que se utilizan son:

$$n(t) = \frac{m(t)}{1 - m(t)\tau}$$

Donde $m(0)$, usando el modelo del artículo y los parámetros obtenidos resulta:

$$m(0) = \frac{n_0}{1 + n_0\tau}$$

A modo de ejemplo para el caso del RP-0:

$$m(0) = 10\,895.3$$

Mientras que el leído en los datos es:

$$m(0) = 10\,567.5$$

Para estos dos valores los correspondiente $n(0)$ resultan:

$$\text{Modelo: } n(0) = 13923.0$$

$$\text{Datos: } n(0) = 13392.3$$

La corrección alcanza el 28 %.

Esto, también, puede entenderse como que el detector presenta una corrección por tiempo muerto de casi 30% para la intensidad de 10 mil cuentas por segundo.

e) La expresión para la corrección de datos por tiempo muerto en la cadena de arranque viene dada por la expresión:

$$n(t) = \frac{m(t)}{1 - m(t)\tau}$$

f) El cuanto al segundo parámetro, α , que corresponde a la tasa de crecimiento exponencial. Tiene significado físico cuando se refiere al modelo de reactor puntual de la cinética de reactores, en cuyo caso representaría la raíz principal de la ecuación inhour, y por ende el inverso del período, que a su vez tiene que ver con el valor de la inserción de reactividad positiva inyectada al sistema. Los períodos de evolución de acuerdo con el experimento son:

$$\text{Período} = 1/\alpha = 43.52 \text{ s : (RP0)}$$

$$\text{Período} = 1/\alpha = 12.95 \text{ s : (RP10)}$$

Para los operadores del reactor este valor es demasiado pequeño, teniendo en cuenta que se levantó el reactor tratando de mantener un período entre 80 y 100 segundos. La explicación podría ser que este período es un valor representativo de todos los períodos que se podrían haber generado debido a que durante el experimento el operador trató de mantener el período constante, mediante la introducción y extracción de pequeñas (pulsos) porciones de barra de control, lo que habría impedido se alcance el régimen de evolución exponencial requerido en el modelo. Por eso el parámetro representaría un período promedio de todos estos valores posibles generados durante las pulsaciones.

g) En cuanto al tercer parámetro, que es el objetivo del experimento, el tiempo muerto, τ , para el caso del RP-0 resultó 20,0 microsegundos (19,96). Mientras que para el RP-10 se obtuvo 2,52 microsegundos. De esa comparación diríamos que las cámaras de fisión son más rápidas en su respuesta.

h) La medición es una respuesta global de la cadena (detector más cadena electrónica), por lo que podríamos decir que habría una parte del tiempo muerto debido al detector, τ_D , y otro el correspondiente a la electrónica (todo diferente al detector), τ_E . En el primero la

influencia sería debido a la geometría del detector, composición de la sustancia que llena el detector y voltaje de trabajo. El correspondiente al tiempo muerto electrónico, sería las etapas de preamplificación, amplificación. Es posible que este valor pueda ser medido excluyendo al detector, mediante un generador de pulsos, con capacidad de variar su frecuencia a los órdenes que se haga notorio este efecto.

i) Finalmente el modelo utilizado se sustenta en que el tiempo muerto es constante, si se mantiene el voltaje de trabajo, el tamaño y composición del gas y otros componentes y está presente desde que llega la primera radiación, pero su efecto se hace más notorio cuando se incrementa la intensidad de radiaciones que llega al detector y posteriormente a la colección y extracción de la carga, por lo que las correcciones se hacen indispensables para mayores contajes. También hemos asumido que ambos detectores CF y BF3 son no-paralizables.

j) En la Figura 14 se observa que los factores que inciden en la determinación del tiempo muerto de la cadena de arranque del RP0,

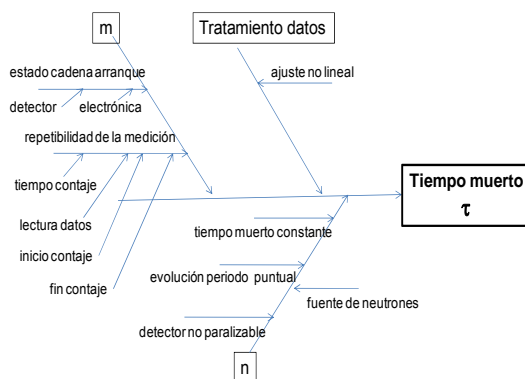


Figura 14. Esquema de fuentes de incertidumbre en la determinación del tiempo muerto según el experimento propuesto.

6. Conclusiones

a) El modelo propuesto se basa en hipótesis que pueden ser discutibles: 1) el detector no paralizabile, con tiempo muerto constante; 2) la evolución de la población de neutrones del reactor sigue una función exponencial en el tiempo. De ellos el más discutible podría ser la segunda hipótesis, la misma que presenta su mayor debilidad en mantener una evolución constante con una sola inserción de reactividad y no estar pulsando repetidas veces.

b) Considerando que el tiempo muerto depende exclusivamente del detector, esta medición no podría realizarse con una fuente de pulsos cuya frecuencia fuera variable.

c) Con relación a la metodología de ajuste empleado podría mejorarse haciéndolo más automático o utilizando programas instalados. Sin embargo se debe tener clara la metodología para poder comparar con paquetes ya implementados.

d) El contaje de datos mejoraría si la colección se realiza de manera automática mediante un multicanal que dispusiera el modo MCS. Al inicio del contaje convendría trabajar con menores cuentas, tal como 3 mil por segundo.

7. Referencias

- [1]. Bevington Philip. Data reduction and error analysis for the physical sciences. 1992.
- [2]. Knoll G. Radiation detection and measurement. John Wiley, Capítulo 3, 1989.
- [3]. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informes de instrumentación nuclear, RP-10. [Informe Interno]; 1989.
- [4]. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informes de instrumentación nuclear, RP-0. [Informe Interno]; 1989.
- [5]. Zuñiga A., Notas de Tratamiento Estadístico de Datos, UNI, 1999.
- [6]. Zuñiga A., Tratamiento de datos: FER-INST, IPEN, 2008.
- [7]. Deming W.E., Statistical Adjustment of Data, Dover, 1964.
- [8]. Lyons L., Data Analysis for Physical Science Students: A Practical Guide, Cambridge University, 1996.
- [9]. Meyer S.L., Data Analysis for Scientists and Engineers, John Wiley, 1975.
- [10]. Evans RD. The Atomic Nucleus, McGraw-Hill, Capítulos 26, 27, 28, 1955.

Seguimiento de la potencia del reactor RP-10 por activación del agua refrigerante

Mariano Vela*, José Castro, Rolando Arrieta, Alberto Salazar, Agustín Urcia

Dirección de Instalaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se presentan los resultados preliminares del monitoreo de la potencia del reactor nuclear RP-10 mediante la medición de la actividad radiactiva gamma del ^{16}N contenido en el refrigerante. Se utilizó un detector de NaI(Tl) dispuesto en una de las ventanas que comunica el tanque de decaimiento y la sala de bombas del circuito primario de refrigeración. Las mediciones se realizaron para diferentes niveles de potencias, de 0,5 a 10 MW. Los resultados muestran un comportamiento lineal entre la potencia de operación y la actividad del ^{16}N .

Abstract

The preliminary results of monitoring of power of the RP-10 nuclear reactor by measuring the activity of gamma radiation ^{16}N content in the coolant are presented. A detector NaI(Tl) placed in a window that communicates the decay tank and the pump room of the primary cooling circuit was used. Measurements were performed for different levels of power, from 0,5 to 10 MW. Results show a linear behavior between the power of operation and the activity of ^{16}N .

1. Introducción

La potencia del reactor RP-10 es monitoreada a través de cámaras de ionización compensadas, colocado cerca del núcleo del reactor. La información que nos proporcionan estos dispositivos presenta ligeras variaciones debido a fluctuaciones locales del flujo de neutrones térmicos, que ocurre debido al desplazamiento de las barras de seguridad y de control, siendo necesario dichos desplazamientos para compensar los efectos de pérdidas de reactividad por envenenamiento y por consumo de combustible.

Para obtener información con menor variación de la potencia del reactor es necesario disponer de un sistema alternativo basado en un principio diferente de medición; por lo que se está realizando experiencias mediante la medición de la actividad del refrigerante que fluye directamente por el núcleo del reactor.

Existe un avance sobre el tema, en el cual se colocó el detector en la parte inferior del tanque de decaimiento y cuyos resultados cualitativos nos muestra una dependencia lineal entre la actividad del refrigerante y la potencia de operación del reactor, pero que

no se podrían utilizar para cuantificar la potencia debido a que el detector se satura para potencias superior a los 6 MW.

2. Fundamento teórico

El monitoreo de la potencia del reactor está basado en la medición de la actividad radiactiva del refrigerante del núcleo del reactor. Cuando el agua pasa por el núcleo se produce la reacción (n,p) sobre el ^{16}O dando lugar a la formación de ^{16}N , el cual es un emisor gamma con período de decaimiento 7.14 segundos; lo cual permite ser usado como monitor de potencia ya que su actividad es casi nula cuando el agua retorna al núcleo luego de pasar por: tanques de decaimiento, bombas de impulsión e intercambiadores de calor.

La actividad gamma del ^{16}N representa 99% de la actividad total del refrigerante, correspondiendo el resto a la activación de otros elementos como son: impurezas presentes en refrigerante, productos de corrosión de los elementos estructurales.

3. Parte Experimental

El método experimental consiste en instalar un detector de radiación gamma en un lugar

* Correspondencia autor: mvela@ipen.gob.pe

adecuado del circuito primario de refrigeración para medir la actividad del ^{16}N en función de la potencia de reactor.

3.1 Equipamiento

- Un detector de NaI(Tl) de 2 x 2" y pre-amplificador.
- Una tarjeta de adquisición de datos ACUSPEC, ADC y fuente de alto voltaje.
- Una computadora personal con software de procesamiento de datos, GENIE 2000.
- Fuentes de calibración de ^{152}Eu y ^{137}Cs de 360,3 y 350 kBq, respectivamente.
- Un blindaje colimador de plomo.
- 20 ladrillos de plomo.

3.2 Procedimiento

La primera etapa de este sistema de monitoreo consistió en la evaluación del blindaje del detector.

3.1. Se diseñó y construyó un blindaje cilíndrico de plomo. Uno de los extremos lleva un tubo colimador de cobre de diámetro 0.4 cm y el otro extremo, una tapa con entrada para el cableado del detector. En el interior del blindaje se ha dispuesto una funda de cobre de 0,2 cm de espesor para disminuir la radiación secundaria. En la Figura N° 1 se detalla las dimensiones del dicho blindaje.

3.2. En uno de los vanos de salida del conducto de refrigeración (nivel -1.5 m del recinto del reactor) se colocó el detector de NaI(Tl) con el tubo colimador diseccionado hacia el interior del tanque de decaimiento. En la figura N° 2 se indica la ubicación del detector.

3.3. La computadora y cadena de espectrometría gamma se instaló en el Nivel -5,5 m (costado del recinto que aloja los tanques de decaimiento), manteniendo de este modo la protección radiológica del personal experimentador.

3.4. Se fijó el voltaje de trabajo del detector en 750 voltios y se calibró la cadena de espectrometría gamma en un rango de energía máxima de 8 MeV.

3.3 Mediciones Realizadas

Se fijó el reactor en estado crítico para potencias escalonadas de 0,5 a 10 MW y se obtuvo los respectivos espectros de emisión del refrigerante utilizando un tiempo vivo de registro de 300 segundos para cada potencia.

S registró las cuentas netas correspondientes al fotopico de emisión gamma del ^{16}N ($E = 6,129 \text{ MeV}$) y se construyó la gráfica Cuentas netas Vs. Potencia de operación.

Nota: Para potencias de operación 1 a 7 MW, la refrigeración se hizo utilizando una bomba del circuito primario (caudal $980 \text{ m}^3/\text{h}$); mientras que para potencias mayores a 7 MW se utilizó dos bombas del circuito primario (caudal $1430 \text{ m}^3/\text{h}$).

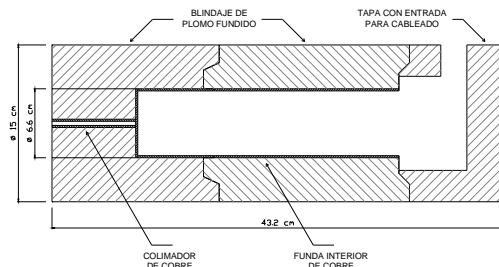


Figura 1. Vista de la sección longitudinal del nuevo blindaje colimador.

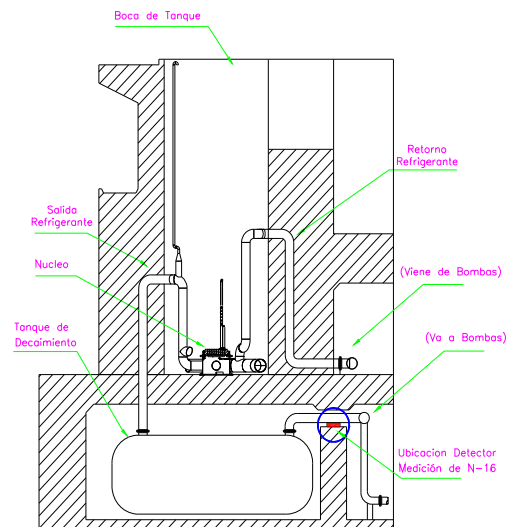


Figura 2. Plano de ubicación del detector de NaI(Tl) para monitoreo de la potencia del RP-10.



Figura 3a. Ubicación del detector de NaI (TI) y el colimador de prueba (espesor de pared 2 cm).



Figura 3b. Disposición del detector de INa(Tl) y el nuevo colimador (espesor de pared 4 cm).

4. Resultados y Discusión

En la Figura 4a se muestra el perfil de actividad de actividad del ^{16}N respecto de la potencia del reactor. Aquí se observa que para potencias superiores a 4 MW, la actividad ya no tiene un comportamiento lineal y es debido a la saturación del detector por el pequeño blindaje utilizado.

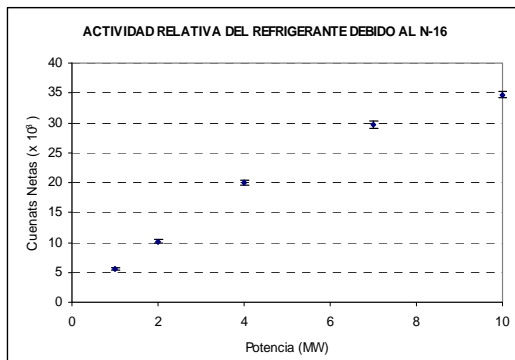


Figura 4a. Primeros resultados de monitoreo de la potencia del reactor RP-10.

La utilización del nuevo blindaje mejoró los espectros de emisión del refrigerante al reducir el tiempo muerto del detector; lográndose observar un comportamiento lineal entre la potencia del reactor y la actividad del ^{16}N .

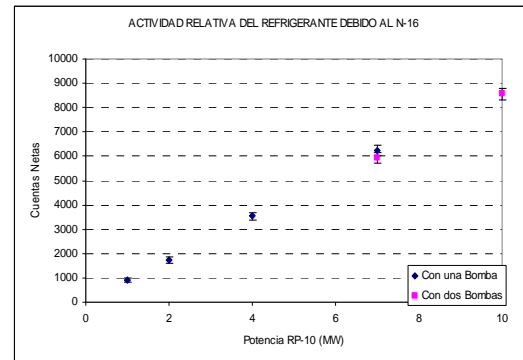


Figura 4b. Comportamiento lineal de la actividad gamma del ^{16}N en función de la potencia de operación del RP-10.

5. Conclusiones

- La actividad del ^{16}N respecto de la potencia de operación del reactor tiene un comportamiento lineal.
- El diseño y dimensiones aplicadas al nuevo blindaje y la ubicación del detector permitieron obtener espectros en todo el rango de potencias de operación del reactor para la ubicación.

6. Agradecimiento

Al Grupo de Operación del reactor RP-10 por su apoyo en todas operaciones del reactor.

7. Bibliografía

[1] Spracklen Howard P. N-16 Power Control System of the Livermore Pool-Type Reactor, University of California, Lawrence Radiation Laboratory Livermore, California; IEEE Transactions on Nuclear Science. 1967.

[2] Lázaro G, Bruna R, Vela M, Parreño F. Implementación de monitorización de la potencia del RP-10 por ^{16}N utilizando un detector de NaI(Tl). En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 1998 -2001. Lima: Perú; 2002. p. 112-113.

Potencia máxima del reactor RP-10 refrigerado por convección natural

Alberto Gallardo*

Dirección de Instalaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

En este reporte se describe el modelo de cálculo termohidráulico usado por el código NATCON para determinar la potencia máxima del RP-10 refrigerado por convección natural. Los resultados fueron analizados con datos experimentales para regímenes en ebullición. De los resultados y análisis resulta una potencia máxima de 427 kW antes de la ebullición nucleada para periodos largos de operación.

Abstract

This report describes the thermal-hydraulics calculation model used by NATCON code to determine the maximum power of the RP-10 cooled by natural convection. The results obtained were analyzed with experimental data for boiling regimes. From the calculations and analysis it was obtained a maximum power of 427 kW before the nucleate boiling for long periods of operation.

1. Introducción

El reactor RP-10 está destinado a la producción de radioisótopos e investigación de materiales. También se utiliza para análisis por activación neutrónica a baja potencia, siendo refrigerado por convección natural.

En convección natural el movimiento del agua refrigerante se produce debido a la diferencia de densidad del agua dentro del canal con el del medio. El calentamiento del agua dentro del canal se debe a la energía generada en la fisión del combustible nuclear en las placas combustibles.

Como la energía liberada depende del nivel de potencia del reactor, es de interés conocer la máxima potencia que pueda ser refrigerado por convección natural, de modo tal, que la temperatura de las placas combustibles no supere la temperatura de pared para el inicio de la ebullición nucleada y así evitar que se pueda producir una falla de la placa. Esto conlleva a realiza el análisis termohidráulico, para lo cual se usa un programa de cálculo, cuyo modelo de cálculo y resultados serán mostrados para su discusión de acuerdo con la información actual.

2. Metodología de cálculo

El programa NATCON [1] se usa para la evaluación termohidráulica en convección natural en estado estable. El núcleo se modela como una placa combustible con su respectivo canal asociado (Figura 1).

El flujo por convección natural resulta de la diferencia de densidades; es decir, por la fuerza boyante (F_B) que está dada por:

$$F_B = (\rho_{amb} - \rho_r) g A_c L_a \quad (1)$$

Donde:

$\rho_r = \Sigma[\Delta z_i \rho_i] / L_a$ densidad media del agua en el canal

ρ_{amb} : densidad del agua en tanque del reactor

A_c : área de sección transversal del canal

L_a : longitud activa de calefacción en el canal

g : aceleración de la gravedad

Al movimiento ascendente producido por la fuerza boyante se opone la fuerza de fricción, dado por:

$$F_F = (\rho_{in} V_{in})^2 A_c / (2 \rho_e) \quad (2)$$

Donde:

ρ_{in} : densidad del agua al ingreso al canal

V_{in} : velocidad del agua al ingreso al canal

ρ_e : densidad equivalente pérdidas de fricción

$$1/\rho_e = 1/(2 \rho_{in}) + 1/(2 \rho_{sal}) + \Sigma[f \Delta z_i / (D_h \rho_i)]$$

$f = C_f / Re$ es el factor de fricción constante, D_h es el diámetro hidráulico, C_f es la constante de fricción y Re es el número de Reynolds.

* Correspondencia autor: agallardo@ipen.gob.pe

En cada región i a lo largo del canal se tiene un flujo de calor Q''_i , obtenido de datos, que es extraído por el flujo de agua en el canal.

$$Q''_i = M_r \cdot C_{p_i} (Tr_i - Tr_{i-1}) \quad (3)$$

Donde:

$M_r = \rho_{in} V_{in} A_c$ es el flujo de refrigerante.

La temperatura del refrigerante Tr_i a lo largo del canal afecta la densidad del agua ρ_i y el cálculo de V_{in} , F_B y F_F , por lo tanto, las ecuaciones 1, 2, 3 se resuelven iterativamente hasta que en el estado estable se tiene que:

$$F_{Boyante} = F_{Fricción}$$

De otro lado, Q''_i es el calor generado en la placa combustible que es transferido al agua por convección natural.

$$Q''_i = h_i A_i (Tp_i - Tr_i) \quad (4)$$

De donde: $Tp_i = Tr_i + Q''_i / (h_i A_i) \quad (5)$

Tp_i : temperatura en superficie de la placa

h_i : coeficiente de transferencia de calor

A_i : área de placa activa (calor) región i

De la ecuación 5 se obtiene la temperatura de pared de la placa combustible Tp_i en la superficie de la región A_i , donde h_i se obtiene de correlaciones empíricas de transferencia de calor para convección natural.

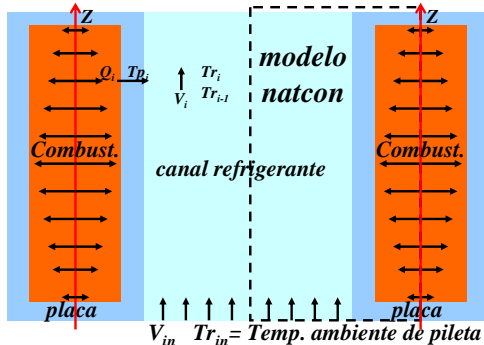


Figura 1. Modelo termohidráulico NATCON.

Dado que se tiene un modelo de conducción unidimensional, la temperatura en el centro del combustible, Tc_{i_s} , está dado por:

$$Tc_{i_s} = Tp_i + Q_i / [A_i (E_v/k_v + E_c/(2 k_c))] \quad (6)$$

Donde:

E_v/k_v : espesor/conductividad térmica vaina

E_c/k_c : espesor/conductividad térmica del combustible.

La temperatura de pared para el inicio de la ebullición nucleada Tp_{ONB} será determinada de la correlación de Bergles–Roshenow.

$$(Q/A)_{ONB} = 15.6 P^{1.156} (Tp_{ONB} - T_{sat})^{0.0234 (2.3/P)} \quad (7)$$

Correlación dada en unidades inglesas, donde T_{sat} es la temperatura de saturación del agua a la presión absoluta P .

Para tener en cuenta las tolerancias de fabricación, aproximación de correlaciones, incertidumbres de datos termofísicos, etc., se usaran factores de incertidumbre para el cálculo de Q , h , M_r .

De la ecuación (7) se obtiene la potencia máxima del reactor RP-10, limitada por el inicio de la ebullición nucleada.

Para determinar la potencia máxima del reactor refrigerado por convección natural, se considera además el tiempo de operación, ya que el calor producido es transferido al agua de la pileta.

En experiencia de operaciones de menos de una hora el agua de la pileta llega hasta 30 °C aumentando su temperatura en función a las horas de operación.

En las especificaciones técnicas del reactor, en convección natural, se admite una temperatura en la pileta hasta 50 °C, luego para la determinación de la potencia máxima se tendrá las temperaturas entre 30 a 50 °C para el agua de la pileta, y se usará el programa NATCON.

3. Resultados y Discusión

Los resultados para la potencia y flujo de calor máximo se muestran en figura 2.

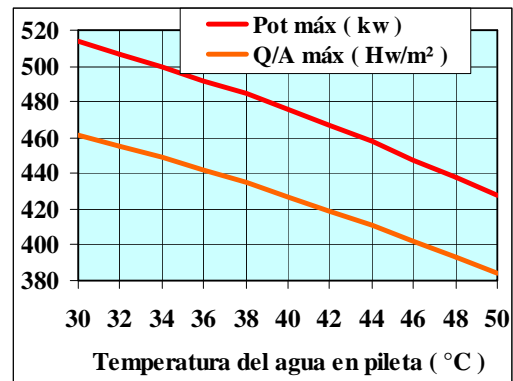


Figura 2. Potencia y flujo de calor máximos vs temperatura del agua en pileta.

En la figura 2 se observa que la potencia y el flujo de calor máximo decrecen con el aumento de la temperatura del agua en la pileta. Esto es debido a que conforme la temperatura del agua en la pileta aumenta, se requiere menor flujo de calor para alcanzar la temperatura para el inicio de la ebullición.

En la figura 3 se muestran los resultados de las temperaturas de pared para el inicio de la ebullición y la de saturación, observándose entre ellas una diferencia de 2 °C. También, se muestran los resultados de la temperatura del agua a la salida del canal que aumenta en 8 °C cuando la temperatura del agua en la pileta del reactor aumenta en 20 °C.

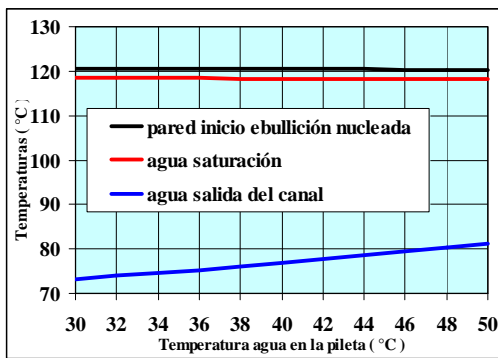


Figura 3. Temperaturas vs temperatura del agua en pileta del reactor.

En la figura 4 se muestran los resultados del flujo másico y de la fuerza boyante. La fuerza boyante disminuye con el aumento de la temperatura del agua en la pileta. En la figura 3 podemos observar que la temperatura del agua en la pileta aumenta mucho más que en el canal; por lo tanto, en la ecuación 1 la diferencia de densidades disminuye junto con la fuerza boyante.

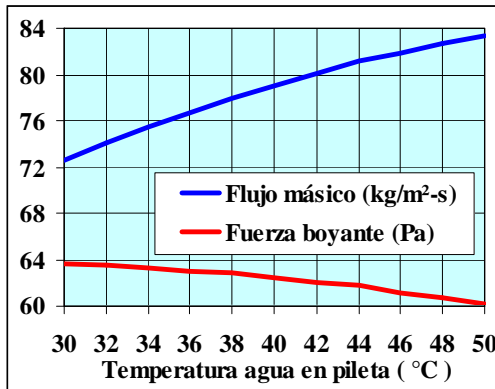


Figura 4. Flujo másico y fuerza boyante vs temperatura del agua en pileta del reactor.

En la figura 4 también se observa que el flujo másico se incrementa, esto se debe a la mayor temperatura del agua en la pileta y en el canal hacen que la densidad y la fricción disminuyan lo cual aumenta en mayor grado la velocidad y por lo tanto el flujo másico.

Ahora compararemos los resultados del flujo de calor de la figura 2 con valores de datos experimentales según [2]. En la figura 5 para condiciones a partir de la saturación y en la figura 6 para agua subenfriada.

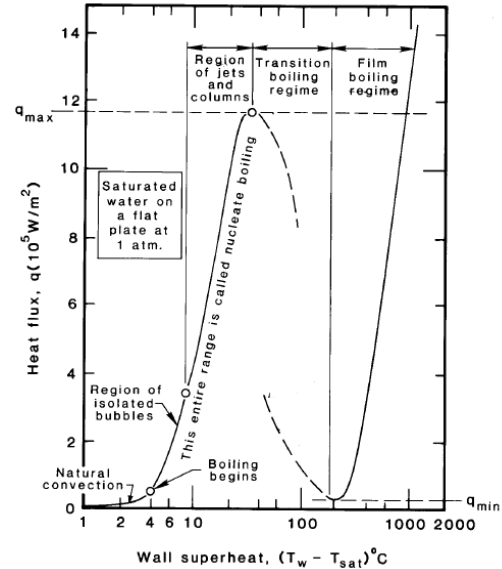


Figura 5. Valores típicos de regímenes de ebullición saturados en convección natural.

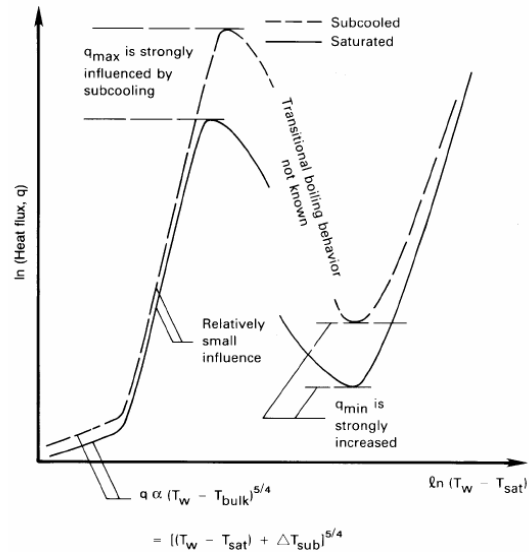


Figura 6. Regímenes de ebullición en convección natural con subenfriamiento.

En la figura 2 se observa que el flujo de calor para el inicio de la ebullición nucleada es de $3.84E4 \text{ w/m}^2$, para la temperatura del agua en la pileta $T_{r,in}$ de $50 \text{ }^\circ\text{C}$. En la figura 3, se observa que la diferencia de temperatura $T_{p_{ONB}}-T_{sat}$ es de $2 \text{ }^\circ\text{C}$.

En cambio, en la figura 5 los valores típicos para el inicio de la ebullición nucleada son de un flujo de calor alrededor de $6E4 \text{ w/m}^2$ y una diferencia $T_{p_{ONB}}-T_{sat}$ de $4 \text{ }^\circ\text{C}$. Esto es para condiciones de saturación del agua.

De otro lado, en la figura 6 se señala que para agua subenfriada, como es en el caso del RP-10, los valores del flujo de calor y de la diferencia $T_{p_{ONB}}-T_{sat}$ deben ser mayores que los mostrados en la figura 5.

Por lo tanto, los resultados obtenidos están por debajo de los valores esperados, siendo conservadores y teniendo en cuenta que los resultados se han obtenido con factores de incertidumbre.

Considerando los límites de seguridad, tenemos que, para las potencias máximas, la temperatura de pared $T_{p_{ONB}}$ es $120 \text{ }^\circ\text{C}$ aprox. y está por debajo del límite de $130 \text{ }^\circ\text{C}$ para evitar la corrosión. Con respecto al flujo crítico de calor, de $1.2E6 \text{ w/m}^2$ según la figura 5, el margen de seguridad es aprox. de 1 a 20.

Según la figura 5, en el régimen de ebullición nucleada hasta el flujo crítico de calor, $T_{p_{ONB}}-T_{sat}$ puede llegar a tener hasta aprox. $80 \text{ }^\circ\text{C}$, es decir que la placa alcanzaría hasta $200 \text{ }^\circ\text{C}$, muy por debajo de los $450 \text{ }^\circ\text{C}$ para la fluencia del aluminio de la placa.

Analizando lo que ocurriría si se supera las máximas potencias o flujo de calor. De la figura 5, en un régimen de ebullición nucleada, para un flujo de calor de $1E5 \text{ w/m}^2$, es decir, más de 2 veces los flujos máximos del reactor RP-10 dados en la figura 2, se tendría que el margen de seguridad con

respecto al flujo crítico de calor sería de 1 a 12.

Además, si es que se alcanzase el flujo de calor de $1E5 \text{ w/m}^2$, de la figura 5 se tendría que $T_{p_{ONB}}-T_{sat}$ es $5 \text{ }^\circ\text{C}$ aprox., es decir, que la placa alcanzaría $123 \text{ }^\circ\text{C}$ por debajo del límite de $130 \text{ }^\circ\text{C}$ y muy por debajo de los $450 \text{ }^\circ\text{C}$ para la fluencia del aluminio de la placa.

Por lo tanto, desde el punto de vista de seguridad se puede afirmar que el reactor RP-10 puede operar a la potencia máxima de 427 kW para una temperatura del agua en la pileta hasta $50 \text{ }^\circ\text{C}$, en condiciones de seguridad.

4. Conclusiones

La potencia máxima para el reactor RP-10 con refrigeración por convección natural puede ser de 427 kW para períodos largos de operación con la condición que el agua en la pileta no supere una temperatura de $50 \text{ }^\circ\text{C}$.

Esa potencia máxima es muy conservadora debido a que se han empleado factores de incertidumbre y los resultados obtenidos están por debajo de datos experimentales.

A la potencia máxima, la temperatura máxima de la placa y el flujo de calor están por debajo de los límites de seguridad, por lo tanto, la operación es segura.

5. Bibliografía

- [1] Smith R S, Woodruff W L. A computer code, NATCON, for the analyses of steady-state thermal-hydraulics and safety margins in plate-type research reactors cooled by natural convection. ANL/RERTR/TM-12. 1998.
- [2] Lienhard IV J H, Lienhard V J H. A heat transfer textbook. 3rd ed. Cambridge Massachusetts: Phlogiston Press; 2008.

Método de calibración de barras de seguridad por comparación con barras de control calibradas

Rolando Arrieta*, Agustín Urcia, Alberto Salazar, José Félix, Dionisio Canaza, Emilio Veramendi, Edgar Ovalle, Roberto Giol, Luis Zapata, Fernando Ramos, Mariano Vela

Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Operación de Reactores
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se presenta el método de calibración de las barras de seguridad del reactor RP-10 basado en la comparación con la curva de reactividad integral de las barras de control, las cuales han sido calibradas previamente mediante el método del tiempo de doblaje. El procedimiento consiste en llevar el reactor al estado de criticidad a baja potencia (200W) con tres barras de seguridad 100 % extraídas, una barra de control 0 % extraída y la otra barra de control parcialmente extraída; luego, se propicia la caída libre de la barra de seguridad a calibrar (SCRAM parcial), se repone el estado de criticidad del reactor con la barra de control que estaba en 0 % extraída, quedando finalmente ésta en una determinada posición (X %). En la curva de reactividad de la barra de control calibrada se lee el valor X, se intercepta la curva y el valor de la proyección sobre el eje de reactividad representa la reactividad equivalente de la barra de seguridad a calibrar, recurriendo a la segunda barra de control en caso necesario. Los resultados obtenidos tienen una buena aproximación: menores al 2 % a los obtenidos mediante el método del tiempo de doblaje.

Abstract

We present the calibration method of the safety rods of RP-10 reactor based on a comparison with the reactivity integral curve of the control rods, which have been previously calibrated by the method of doubling time. The procedure is to bring the reactor to the state of criticality at low power (200 W) with three bars of 100% extra security, a control rod removed 0% and the other partially extracted control bar, then, who are encouraged to drop free from the safety bar to calibrate (SCRAM partial), recovers the state of criticality of the reactor with the control bar to 0 % was extracted, finally leaving it in a certain position (X%). In the curve of reactivity of the control bar calibrated value X is read, it intercepts the curve and the value of the projection on the axis represents the equivalent reactivity of the safety bar to calibrate, going to the second control bar if it is necessary. The results are in a good approximation: 2 % lower than those obtained by the method of doubling time.

1. Introducción

El control del reactor RP-10 se realiza por introducción de elementos de alta sección eficaz de captura (cadmio) de neutrones, mediante seis barras absorbentes, las mismas que por su función en el núcleo se dividen en: tres barras de seguridad, dos barras de control o ajuste y una barra ajuste fino [1].

La calibración tradicional de las barras se realiza utilizando el método del tiempo de doblaje, que consiste en disponer el reactor en estado estable y luego se extrae una primera barra a un determinado porcentaje y se mide el tiempo para el cual se duplica la población neutrónica. Finalmente, se introduce una segunda barra hasta alcanzar nuevamente el estado inicial estable del reactor [2]. Este procedimiento se repite en

forma secuencial hasta completar todo el recorrido de las barras.

La aplicación de este método implica tomar varios puntos para determinar la reactividad de cada barra y es necesario para las barras de control con la finalidad de determinar variaciones temporales en función a diversas perturbaciones ocasionadas por el consumo de combustible, generación de venenos, coeficientes de realimentación, ingreso de muestras, experiencias, etc. [3].

Para el caso de las barras de seguridad, que trabajan siempre totalmente extraídas, el método se hace innecesariamente tedioso, porque para estas barras solo es necesario conocer su valor total y con ello verificar si

* Correspondencia autor: rarrieta@ipen.gob.pe

cumple con valores que nos garanticen el apagado del reactor en cualquier circunstancia [4]; esta situación nos llevó a buscar un método alternativo de comparación teniendo como referencia la distribución de reactividad de las barras de control.

2. Metodología

El método consiste en comparar la reactividad negativa generado por una barra de seguridad, objeto de estudio, con la reactividad positiva generado por una de las barras de control previamente calibrada.

Para el procedimiento se lleva el reactor al estado estable a baja potencia con tres barras de seguridad al 100% extraídos, una barra de control 0 % extraída y la otra barra de control parcialmente extraída (X %).

Estando el reactor en estado crítico se hace SCRAM parcial con la barra de seguridad a calibrar, luego se repone el estado estable con la barra de control que estaba 0 % extraída quedando finalmente está en la posición Y %. Si esta llega al 100 % se completa con la segunda barra de control que se desplazará de X % a Z %.

En la curva de reactividad de las barras de control se lee el valor Y % y si es necesario (Z - X) %, con ellas se intercepta la (s) curva(s) y el valor de la proyección sobre el eje de reactividades nos representará la(s) reactividad(es) equivalente de la barra de seguridad involucrada.

Este procedimiento se repite con cada una de las barras de seguridad.

Nota: para este experimento no se utilizó la barra de control.

3. Infraestructura y equipo experimental

3.1 Infraestructura y recursos humanos

- Reactor en condiciones normales de operación.
- Instrumentación nuclear, convencional y sistema de adquisición de datos habilitado.
- Tres cronómetros digitales con precisión de $\pm 0,01$ segundo.
- Supervisor de turno, un operador, un oficial de radioprotección.

Nota. La participación del personal de operación y oficial de Radioprotección debe ser de exclusividad por cuanto la seguridad del reactor es prioritaria [5].

3.2 Desarrollo Experimental

- Se calibró las barras de control por el método del tiempo de doblaje y se determinó sus respectivas curvas de reactividad versus porcentaje de extracción [6]. La curva de reactividad de las barras de control se muestra en las siguientes gráficas.

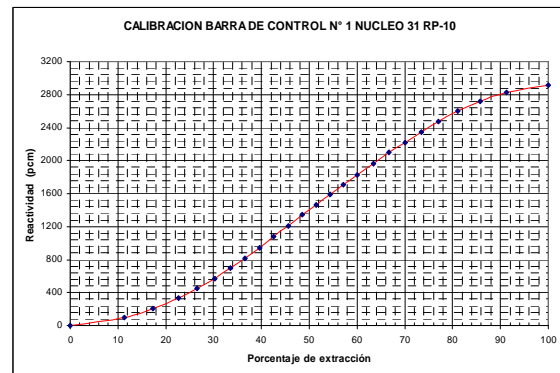


Figura 1. Curva de reactividad de la barra de control N° 1.

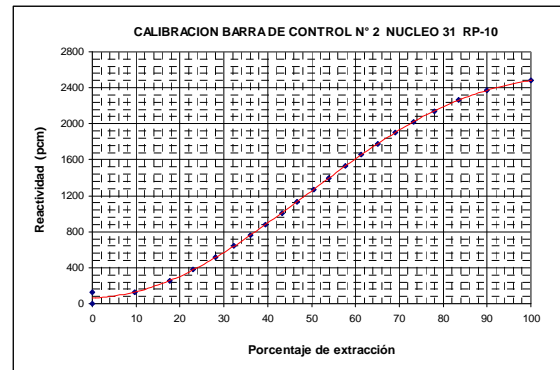


Figura 2. Curva de reactividad de la barra de control N° 2.

- Se puso a crítico el reactor para una corriente de $0,6 \times 10^{-9}$ en la cámara de marcha N° 4. La posición de las barras de seguridad y control fue la siguiente:

BS1 = BS2 = BS3 = BCf = 100%, BC1 = 0%, BC2 = 15,8 %.

Luego de cinco minutos de estabilizado el reactor se realizó un SCRAM parcial con la barra de seguridad N° 3.

- Se llevó a crítico el reactor con una barra de control N° 1, quedando extraída en un 76,4 %.

- Con el valor de 76,4 % nos dirigimos a la curva de reactividad de la barra de control N° 1 y se determinó la reactividad equivalente para la barra de seguridad N° 1. Por un procedimiento similar se determinó la reactividad de las otras barras de seguridad.

4. Resultados

Según procedimiento [7] se desenergizó las tres barras de seguridad y se compararon con el valor en reactividad del 100 % introducida con el peso de BC1. En el caso de BS3 se complementó con parte de BC2.

Tabla 1. Reactividad de las barras de seguridad determinados por comparación.

<i>Barra de Seguridad</i>	<i>(%) de BC1</i>	<i>(%) de BC2</i>	<i>Reactividad (pcm)</i>
BS1	76.4	0	2826,30
BS2	91.1	0	2449,91
BS3	100	de 49,9 a 58,2	2916,91 + 265,42
Peso total Barras de Seguridad	---	---	8503,10

Tabla 2. Resumen de la reactividad de las barras de seguridad y barras de control.

<i>Barra de Seguridad/Control</i>	<i>Reactividad (pcm)</i>
BC1	2916,91
BC2	2484,24
BS1	2826,30
BS2	2449,47
BS3	3227,33
Peso total del banco de barras	13904,250
Máximo exceso de reactividad actual (desde posiciones iniciales)	3893,03

5. Conclusiones

Este método de calibración “por comparación”, de simple ejecución es preciso y rápido, nos permite determinar la reactividad de las barras de seguridad y poder examinar el comportamiento de los elementos de control respecto a las especificaciones técnicas.

De los resultados concluimos que el núcleo en estudio (configuración N° 30) cumple con lo especificado en el capítulo XVII del informe de seguridad:

- Peso del banco de barras > 125 % del máximo exceso de reactividad.
- Peso de cada barra de seguridad > 780 pcm (1\$).

6. Referencias

- [1] Glasstone Samuel. Ingeniería de reactores nucleares. Barcelona: Ed. Reverté; 1975.
- [2] Zúñiga A. Métodos experimentales de medición de reactividad. IPEN. [Informe Interno]; 1982.
- [3] Zúñiga A. Parámetros para calibración de barras de control en un reactor experimental. IPEN. [Informe Interno]; 1992.
- [4] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe de Seguridad del reactor RP-10. Capítulo XVII: Especificaciones técnicas. [Informe Interno]; 2008.
- [5] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe de Seguridad del reactor RP-10. Capítulo VII: Características de seguridad e ingeniería. [Informe Interno]; 2008.
- [6] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Método de calibración de barras de seguridad y control. Departamento de Operación. [Informe Interno]; 2008.
- [7] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Manual de operación. Departamento de Operación. [Informe Interno]; 2001.

Desarrollo de un escalímetro multicanal con conexión USB para supervisión y registro del flujo de neutrones en los conductos de irradiación del reactor RP-10

Oscar Baltuano*

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Los experimentos que son realizados en la sala experimental del reactor RP-10, en muchos casos, requieren la supervisión del flujo relativo del haz de neutrones para normalizar los resultados obtenidos durante la experimentación. Esto debido a las variaciones normales en la potencia del reactor durante su operación. Un contador temporizador automático multicanal (MCS) para el registro de estas variaciones es muy conveniente durante el tiempo que dure el experimento. Un equipo comercial es muy costoso y estaría siendo subutilizado si se destinara a este trabajo. Dispositivos electrónicos modernos, muy económicos permiten desarrollar soluciones adaptadas a este requerimiento a un costo muy bajo. Se presenta los resultados del desarrollo de un MCS compacto destinado a cubrir esta necesidad.

Abstract

Normally, experiments that are performed at the RP-10 reactor hall require to measure the relative neutron flux in order to normalize results obtained during the experiment. This is necessary because of the reactor power changes during the operation period. An automatic multichannel counter timer or scaler (MCS) is convenient for recording to register these neutron flux changes during the experimental period. Commercial equipment is very expensive and would be under-utilized if used to perform this task. Modern electronic devices are cheaper and allow to develop solutions adapted to this requirement while maintaining a low cost. Thus, in this study the results of development of a compact MCS designed to meet the stated requirement are presented.

1. Introducción

Durante el funcionamiento rutinario del reactor RP-10 son frecuentes las variaciones de la potencia de operación, dentro de ciertos límites de tolerancia. Estas fluctuaciones de potencia se reflejan en las variaciones correspondientes del flujo de neutrones en los conductos de irradiación. En determinados experimentos es necesario mantener este flujo constante, y en caso de no ser posible, se hace imprescindible conocer estas variaciones de forma relativa durante el tiempo que dure el experimento con la finalidad de normalizar los resultados obtenidos.

La medición de la variación relativa del flujo se realiza generalmente usando detectores de fisión (U-235) conocidos como monitores de haz colocados directamente en el haz de neutrones. La cadena de instrumentación similar a las utilizadas en otras experiencias. El número de cuentas durante un tiempo

prefijado es registrado en un contador-temporizador o escalímetro. Actualmente, en la sala experimental del RP-10 solo se cuenta con equipos que funcionan en modo stand-alone y no poseen ningún tipo de conexión a una PC, razón por la cual, el trabajo de registro de las variaciones del flujo tiene que hacerse en forma manual.

Por esta razón, se hace necesario disponer de un escalímetro que, fijado su tiempo de medición sea redispensible en forma automática y tenga la capacidad de almacenar en cada período de medición, el número de cuentas obtenidas; es decir, con capacidad multicanal. El resultado final es un diagrama de cuentas versus tiempo que representa las variaciones relativas en el flujo de neutrones en el punto de medición.

* Correspondencia autor: obaltuano@ipen.gob.pe

Este tipo de instrumentos son conocidos como Multichannel Scaler (MCS) y tienen una concepción de diseño digital relativamente sencilla, siempre en cuando no se requieran tiempos de adquisición y respuesta o velocidades de funcionamiento muy elevadas. Por esta razón, se optó por desarrollar un MCS compacto, de bajo costo y adaptado a las necesidades específicas de medición del flujo relativo de neutrones en los conductos de irradiación.

2. Diseño electrónico

2.1 Consideraciones de diseño

El MCS requerido debe tener la capacidad de funcionar en modo stand-alone o conectado a una PC en modo esclavo. Actualmente, el estándar usado para la conexión de periféricos a una PC es el puerto USB, por lo cual se decidió utilizar este tipo de conexión para la configuración, transferencia de datos y operación en modo esclavo del MCS.

El ancho de la ventana de tiempo de medición debe ser configurable entre un rango amplio de valores con un mínimo de 1 segundo y un máximo de 30 minutos. El número de canales depende del tiempo total de medición deseado y del ancho de la ventana de medición (*TimeWindow*).

$$\#canales = \frac{T_{medición}}{TimeWindow}$$

A diferencia del modo stand-alone en el cual el número de canales está limitado por la capacidad de memoria disponible en el MCS; en modo esclavo, el número de canales está limitado únicamente por la capacidad de almacenamiento de la PC.

2.2 Ingeniería básica

Se seleccionó un microcontrolador (μ C) PIC18F2550 [1] el cual posee, entre otras características, un puerto USB 2.0 Este dispositivo contiene todo el hardware necesario para implementar un MCS, sin requerir hardware adicional. El firmware o programa de control del microcontrolador ha sido desarrollado para realizar todas las tareas de control, temporización y comunicación. Únicamente ha sido necesario recurrir a unos pocos LED's, pulsadores, algunas resistencias y condensadores adicionales.

2.3 Firmware

El programa para el funcionamiento del microcontrolador se escribió en lenguaje C usando el compilador MPLAB C18 [2] de Microchip y el entorno de desarrollo MPLAB IDE.

Debido a que el dispositivo posee todo el hardware necesario para la aplicación no ha sido necesario programar ningún periférico externo (Figura 1).

El controlador está configurado para operar a una frecuencia de 48 MHz, a partir de un cristal de 20 MHz. Esto se logra a través de un PLL interno que genera la frecuencia de 48 MHz necesaria para operar el puerto USB 2.0 La velocidad interna del CPU es $\frac{1}{4}$ de la frecuencia del cristal: 12 MIPS (millones de instrucciones por segundo). El TIMER1, un contador interno de 16 bits recibe de entrada esta frecuencia, luego de pasar un por un divisor de frecuencia entre 8 (1.5 MHz) El TIMER1 está configurado para proporcionar una interrupción de hardware cada 1/25 segundo. Un registro interno de 16 bits (*CounterTics*) realiza el conteo de los impulsos anteriores para generar la temporización o tiempo de medición. Teniendo en cuenta el valor máximo de este contador interno: 65535; el tamaño máximo de la ventana de tiempo será:

$$TimeWindow = \frac{65535}{25} \approx 2600 \text{ segundos.}$$

Considerando este valor, se ha fijado, por software, un valor máximo de 1800 s (30 minutos) para la ventana de tiempo. El valor mínimo también determinado por software es de 1 segundo.

El TIMER3 interno es otro contador de 16 bits que ha sido configurado para realizar el conteo de los pulsos de entrada provenientes del detector. El valor máximo (65535) impuesto por el tamaño del contador ha sido superado utilizando además un registro interno de 16 bits (TMR3_UP), lo cual permite aumentar la capacidad de conteo a 32 bits o $4,295 \times 10^9$ cuentas aproximadamente.

El funcionamiento del controlador se basa en una máquina de estados que realiza las tareas de conteo, temporización y comunicación con la PC de forma coordinada y secuencial. Durante la operación, al finalizar la ventana de tiempo, los 4 bytes (32 bits) conteniendo el valor de conteo de ese tiempo son

almacenados en la memoria EEPROM del controlador y simultáneamente son enviados a la PC por el puerto USB.

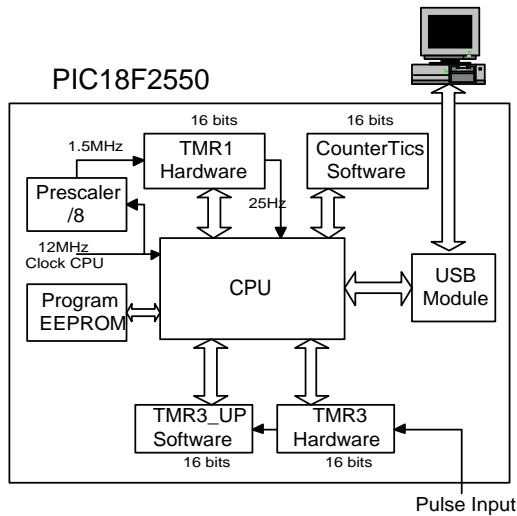


Figura 1. Esquema simplificado del hardware interno utilizado del microcontrolador.

El PIC18F2550 posee una memoria de programa de 32KB; de los cuales, 16KB se reservan para el programa de control y el stack de comunicación USB, los otros 16KB de la memoria son utilizados para almacenar los valores de contaje. Cada valor tiene una extensión de 4 bytes, por lo cual la capacidad interna del controlador es de 4196 canales. Este valor satisface perfectamente cualquier requerimiento actual y permite que el dispositivo trabaje en modo stand-alone. Durante la operación en modo esclavo esta limitación no existe por cuanto los valores son transferidos y almacenados directamente en la PC conforme se van generando.

2.4 Comunicación USB

La conexión de un dispositivo embebido a una PC a través del puerto USB es un proceso complejo que involucra un diseño cuidadoso del firmware del periférico, el software de control en la PC (host) y los drivers necesarios para establecer la comunicación. Sin embargo, un método sencillo para realizar esta conexión es la conversión de una interfaz RS-232 a USB [3]. Este método simple pero eficaz implica ciertas limitaciones en la comunicación, por lo cual su implementación requiere un análisis de los requerimientos de la aplicación.

Hay diferentes formas de convertir una interfaz RS-232 a USB, cada una de ellas implica un distinto nivel de habilidad. La más simple es emular la interfaz RS-232 sobre el puerto USB. Una ventaja de este método es que la aplicación en la PC reconoce la conexión USB como un puerto RS-232 y por lo tanto no se requieren cambios en el software de la PC. Otra ventaja es que este método aprovecha los controladores de Microsoft que ya están incluidos desde Windows 98 SE en adelante, haciendo innecesario el desarrollo de un driver.

La especificación CDC (Communications Device Class) de USB [4] define varios modelos de comunicación, incluyendo la emulación serial. Microchip proporciona para su familia de microcontroladores con interfaz USB, un firmware USB CDC que contiene los descriptores para un dispositivo emulador RS-232 USB y todos los manejadores requeridos específicos de la clase. De esta manera, el diseñador no debe preocuparse en crear descriptores o manejadores de funciones para escribir los requerimientos específicos de clase, facilitando el desarrollo de la aplicación.

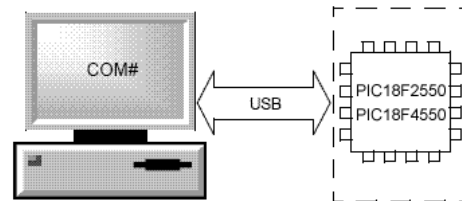


Figura 2. Emulación en PC de un puerto RS-232 para comunicación con dispositivos USB.

En este caso específico, se ha utilizado el ejemplo "USB Device - CDC Basic Demo" contenido en la librería "Microchip USB Firmware Framework v.2.3" [5]; el cual, ha sido modificado para esta aplicación en particular.

2.5 Programa de control en la PC

En el lado de la PC se ha desarrollado un programa de control escrito en Fortran 95. Para la comunicación se utilizó la librería SciComm de MicroGlyph [6] que proporciona acceso a las API's de comunicación RS-232 de Windows. También ha sido de utilidad el conjunto de librerías gráficas de Winteracter para Windows.

MS Windows no posee un archivo .inf estándar para el controlador CDC; sin embargo, los controladores son parte de la instalación de Windows. Solo es necesario proveer un archivo .inf cuando un dispositivo CDC es conectado inicialmente a un sistema Windows. Archivos .inf de ejemplo se encuentran en [5]. Para utilizarlos, deben ser modificados para reflejar los VID (Vendor ID) y PID (Product ID) específicos con los que ha sido grabado el firmware en el dispositivo. Si es necesario también se puede modificar la cadena correspondiente para cambiar el texto en la identificación del dispositivo vista por el usuario en el manejador de dispositivos de Windows.

La estructura del programa de control es bastante simple: recibe del MCS los datos correspondientes al número de cuentas y el valor de tiempo de medición correspondiente. Ambos datos son almacenados en dos vectores (arrays), los cuales a su vez son visualizados en forma de un gráfico de dispersión X-Y.



Figura 3. Imagen mostrando el protoboard (círculo rojo) montado con el módulo MCS conectado a una computadora portátil y a la cadena de instrumentación.

El programa también envía al MCS, comandos para el inicio/parada de conteo y la operación de reset que borra la información tanto en la PC como en el MCS. La asignación del valor de la ventana de tiempo *TimeWindow* se hace igualmente desde el

programa de control y puede ser modificado en cualquier momento. Finalmente, se adicionaron opciones para hacer la depuración de la comunicación y el guardado de la información en un archivo en el disco.

3. Operación, Resultados y Discusión

El módulo se ha puesto en operación tanto en pruebas de laboratorio con un generador de pulsos, como en mediciones del flujo de neutrones en los conductos de irradiación del reactor RP-10 con un monitor de haz y la cadena de instrumentación correspondiente (Figura 3).

Con una frecuencia de entrada fija de 12 MHz la variación máxima obtenida en la medición ha sido de ± 30 cuentas por segundo. Esto equivale a un error de menos de $2,5 \times 10^{-6}$, valor que satisface ampliamente los requerimientos de la aplicación. Este error tiende a disminuir conforme disminuye la frecuencia de entrada debido a que los retardos producidos en el microcontrolador para atender las operaciones de hardware varían en el rango de algunas decenas de nanosegundos, esto gracias a la alta frecuencia de operación del CPU. Estos retardos del microcontrolador son menos significativos conforme la frecuencia de entrada es menor, y, a frecuencias por debajo de 1 MHz el error puede considerarse, para fines prácticos, cero.

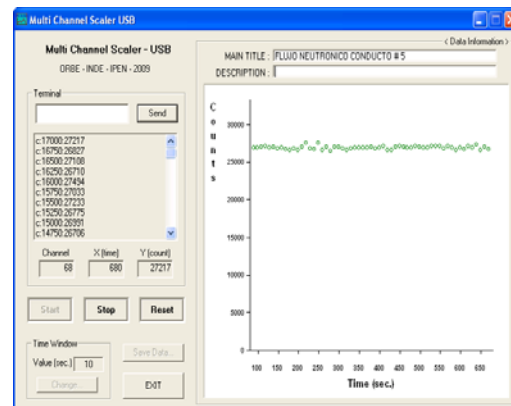


Figura 4. Front-End del programa de control mostrando el resultado obtenido a 7.5 MW con mediciones cada 10 segundos en el conducto de irradiación N° 5.

En razón a que las mediciones del flujo de neutrones no superan tasas de pulsos de 10^6 debido al tiempo muerto de los detectores. También la característica intrínsecamente

aleatoria de los procesos nucleares, que producen variaciones estadísticas en las mediciones nucleares, hacen que los errores antes mencionados no sean significativos para estas aplicaciones.

En la Figura 4 se observa el resultado de la medición relativa del flujo de neutrones en el conducto de irradiación N° 5 del reactor RP-10 a una potencia nominal de 7,5 MW, con intervalos de 10 segundos, para lo cual se utilizó un monitor de haz de fisión de U-235. Se observan ligeras fluctuaciones en el flujo de neutrones.

4. Conclusiones

Los dispositivos electrónicos modernos tales como los microcontroladores brindan la posibilidad de desarrollar instrumentación específica a un costo muy bajo comparado con los equipos comerciales.

Encontrar el punto de equilibrio entre utilidad y costo debe ser parte fundamental en el diseño y desarrollo de un producto. En el caso del MCS descrito, se han considerado únicamente las características mínimas indispensables de operación para obtener una buena relación beneficio/costo. Aún así, la inclusión de nuevas funcionalidades es una tarea sencilla debido a su versatilidad y escalabilidad.

El uso de dispositivos embebidos conectados a PC's a través de un puerto USB, debería ser el estándar de desarrollo de nuevos productos debido a la amplia utilización de este tipo de interfaces, razón por la que se ha convertido en el estándar actual de la industria.

Si bien es cierto, el uso de interfaces USB involucra un grado de dificultad mayor que otro tipo de conexiones, la emulación serial proporciona un camino de fácil migración para desarrollos ya terminados, pasando de RS-232 a USB. Del lado de la PC, se requiere una mínima modificación del software. Del lado del dispositivo embebido, la familia de microcontroladores PIC18F2455/2550/4455/4550 proporciona una actualización simple del hardware desde las familias de dispositivos PIC16C745/765 y PIC18FXX2.

5. Bibliografía

[1] Microchip Inc., PIC18F2455/2550/4555/4550 Data Sheet. 28/40/44-Pin, High Performance, Enhanced Flash, USB Microcontrollers with Nano Watt Technology. USA. 2007.

[2]Microchip, MPLAB C18 C Compiler User's Guide. USA, 2005.

[3]Rawin Rojvanit, Migrating Applications to USB from RS-232 UART with Minimal Impact on PC Software. Microchip, USA, 2004.

[4] USB Implementers Forum Inc., "USB Class Definitions for Communication Devices Version 1.1", 1999.

[5]Microchip Inc., Microchip USB Device Firmware Framework User's Guide. USA. 2008.

[6]MicroGlyph Systems, SciComm Serial Communication Library Version 7.0 <http://www.microglyph.com/>

Analizador Multicanal con interfaz USB para aplicaciones con detectores de centelleo

Oscar Baltuano^{1,2,*}

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos,
Av. Universitaria/Av. Amézaga S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se ha realizado la conexión de un módulo convertidor análogo digital (ADC) tipo Wilkinson a una PC a través de una interfaz USB. Este ADC fue diseñado en los años noventa como etapa de entrada de un analizador multicanal (MCA) y se construyó para realizar espectrometría con detectores de centelleo con fuentes de baja actividad. A este módulo se le ha conectado una interfaz USB que junto con un programa de control en la PC permite convertirlo en un MCA de hasta 2048 canales. Se han obtenido resultados muy buenos con espectros de Cs-137 y Co-60 usando un detector de NaI(Tl). La resolución y la linealidad integral del MCA han mostrado ser adecuada, por lo cual puede ser utilizado en cualquier aplicación que no requiera mediciones de altas tasas de conteo.

Abstract

A connection of an analog-digital converter (ADC) module, type Wilkinson was made to a PC through a USB interface. The ADC was designed, in the nineties, as the input stage of a multichannel analyzer (MCA) intended to be used with scintillation detectors and low activity sources. Together with a program on the PC, the USB interface was connected to the ADC for achieving 2048 channels MCA. The results of the Cs-137 and Co-60 spectra using a NaI(Tl) detector were excellent. MCA resolution and integral linearity obtained from the device is adequate, therefore it can be use in any application that requires no measuring high counting rates.

1. Introducción

La instrumentación requerida en aplicaciones nucleares, en general, debe cumplir con ciertas exigencias específicas de funcionamiento, lo cual encarece el costo de estos equipos.

Algunas de estas aplicaciones como en el caso de los detectores de centelleo o aquellas que implican bajas tasas de conteo, permiten flexibilizar los requerimientos y por tanto facilitar el diseño y reducir el costo. Un ejemplo de esto, son los equipos utilizados para enseñanza y que utilizan fuentes radioactivas patrón de muy baja actividad.

De todos los instrumentos requeridos en experimentos nucleares, los analizadores multicanal (MCA) operando en modo PHA (Pulse High Analyzer) son los más complejos y costosos. Sin embargo, gracias al desarrollo de la tecnología actual se cuenta con dispositivos electrónicos muy potentes a costos muy bajos sumado a la potencia de cálculo de las PC's actuales, se abren nuevas

posibilidades de diseño, desarrollo e innovación en el campo de la instrumentación nuclear.

2. Antecedentes

A mediados de los años 90, como parte de un proyecto para la construcción de un Sistema Multisonda para Aplicaciones con Radiotrazadores se desarrolló toda la instrumentación nuclear requerida [1], la cual se dividía en forma de módulos independientes, los cuales eran controlados por una computadora personal, a través de una tarjeta plug-in ISA que se insertaba en un slot de la PC.

De todos estos módulos, era de especial importancia y complejidad el MCA, que estaba constituido un por convertidor análogo-digital o ADC (Analog/Digital Converter) tipo Wilkinson [2] y la lógica de control y almacenamiento.

* Correspondencia autor: obaltuano@ipen.gob.pe

En un inicio las computadoras personales no tenían la capacidad de cálculo y la velocidad de comunicación de las actuales, por lo cual, la lógica de control y almacenamiento era realizada por medio de circuitos digitales externos a la computadora.

Hoy en día, una PC estándar puede realizar perfectamente todas las tareas digitales asociadas a un MCA siempre que el ADC le transfiera la información relacionada con la altura de los pulsos nucleares.

Un pequeño microcontrolador conteniendo una interfaz USB puede entonces, recibir la información digital del ADC y transferirla a una PC, la cual equipada con el programa de control y comunicación correspondiente podrá realizar el almacenamiento de los datos y luego construir espectro de energías de la radiación detectada.

3. Materiales y equipos

3.1 Convertidor Análogo-Digital (ADC)

Existen diversos tipos de ADC para la conversión de señales analógicas de pulsos nucleares en señales digitales. Los más utilizados para estas aplicaciones son los de aproximaciones sucesivas con corrección escala deslizante y los de tipo Wilkinson [2]. Este último es comparativamente el más lento de todos, pero sus características lo hacen ideal para la conversión de pulsos nucleares.

El ADC se diseñó de tipo Wilkinson, teniendo en cuenta que sería utilizado para mediciones de baja actividad; en las cuales el tiempo muerto al ser pequeño permite que el tiempo de conversión del ADC no sea tan crítico. A esto se suma la excelente linealidad integral y diferencial de estos convertidores que a pesar de su lentitud siguen siendo ampliamente utilizados en aplicaciones nucleares [3].

La Figura 1 muestra el diagrama de bloques simplificado del ADC utilizado. Se trata de un circuito detector de pico o memoria analógica formada por U1, D1, C y U2, la cual es controlada mediante la fuente de corriente I. Cuando esta fuente de corriente está activa, el condensador C sigue las variaciones de tensión en la entrada del circuito. Cuando I es desactivada, el condensador almacenará el valor máximo del pulso de entrada al no poder descargarse

debido al bloqueo producido por el diodo D1 y la altísima impedancia que presentan la fuente de corriente y U2. El comportamiento del condensador viene dado por:

$$I = C \frac{\partial V}{\partial t}$$

Sin embargo, debido a que I es constante durante la descarga, la expresión anterior puede integrarse para obtener:

$$t = \left(\frac{C}{I}\right)V$$

Se observa que el tiempo de descarga del condensador será una función lineal del nivel de tensión V almacenada en él, es decir, el tiempo que demore en descargarse el condensador dependerá linealmente de la altura del pulso a la entrada (Figura 2).

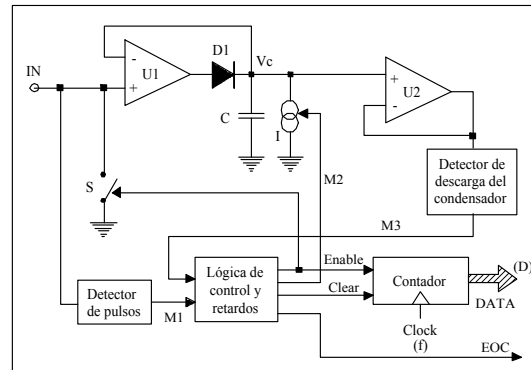


Figura 1. Diagrama de bloques simplificado del convertidor A/D tipo Wilkinson.

Este tipo de funcionamiento requiere que el detector de pico solo esté activo durante la aparición de un pulso nuclear. Por ello que se adiciona el detector de pulsos que produce una señal digital ante la aparición de un pulso nuclear. La lógica de control, es disparada por esta señal y desactiva la fuente de corriente I durante un tiempo suficientemente grande (lógica de retardo) como para garantizar que el pico del pulso ha ocurrido. Posteriormente, al activarse la fuente de corriente, se inicia la descarga del condensador C y simultáneamente se inhabilita la entrada de pulsos mediante el interruptor S, para evitar que la llegada de otro pulso altere el valor almacenado en C. El detector de umbral inferior indica cuando el condensador se encuentra totalmente descargado con lo que se finaliza el proceso.

De esta manera, el contador habrá almacenado una palabra digital (D) que vendrá dada por la expresión:

$$D = f \cdot t = f \left(\frac{C}{I} \right) V$$

Donde f es la frecuencia de reloj utilizada en el contador y el valor de I dependerá exclusivamente del tipo de fuente de corriente y de los valores de diseño de la misma.

La señal EOC (End of Convert) indica la terminación del proceso de conversión por lo que puede ser utilizada para transferir la palabra digital (D) a un registro de almacenamiento adecuado o en este caso a un microcontrolador.

El bloque del contador está formado por 3 contadores binarios de 4 bits, interconectados en forma síncrona, con lo cual se obtiene un único contador de 12 bits (con un máximo de 4096 canales), el cual puede ser habilitado o deshabilitado al controlar la señal Enable.

La lógica de control y generación de retardos es el corazón del convertidor A/D, está formada por un conjunto de CI's encargados de producir la secuencia correcta según se muestra en la Figura 2. Mayores detalles de su funcionamiento pueden encontrarse en [1].

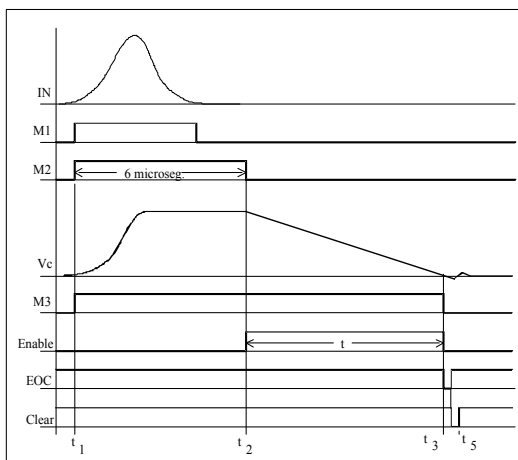


Figura 2. Diagrama de tiempos de la lógica de funcionamiento del convertidor A/D.

En condiciones normales, cuando no hay ningún pulso nuclear en la entrada (previo a t_1), la fuente de corriente I se encuentra activa debido a que M_2 está en bajo, por lo que el condensador C se encuentra totalmente

descargado. Ante la aparición de un pulso nuclear en t_1 , el detector de pulsos dispara la señal M_1 para activar un monoestable por un tiempo aproximado de 6 μ segundos (M_2), la fuente de corriente es inhabilitada y la memoria analógica configurada como detector de pico entra en funcionamiento (V_c). Transcurridos los 6 μ segundos, tiempo en el cual el pulso ya ha alcanzado su máximo, nuevamente se activa la fuente de corriente para iniciar la descarga lineal del condensador (instante t_2) y habilitar el contador de 12 bits (Enable). Con estas mismas señales, y para evitar que la llegada de otro pulso altere la descarga del condensador, se coloca a tierra la entrada de U_1 por medio del transistor y se deshabilita el disparo del monoestable.

Cuando C se encuentra ya descargado, la señal M_3 cae a cero, con lo que se deshabilita el contador y regresan todos los circuitos a su estado inicial para un nuevo proceso de conversión. Con esta misma señal se generan dos pulsos consecutivos, uno para indicar el fin de la conversión (EOC) y el otro para hacer la limpieza del contador (Clear) y dejarlo listo para una nueva conversión.

El valor de la corriente I , viene determinado por el tipo de circuito utilizado según la expresión:

$$I = \frac{VZ - 0,8}{R}$$

Donde VZ es el voltaje de referencia interno y R la resistencia asociada a la fuente de corriente. Con ello, la palabra digital (D) correspondiente a la conversión vendrá dada por:

$$D = f \cdot t_c = f \cdot \left(\frac{R \cdot C}{VZ - 0,8} \right) \cdot V$$

Se han utilizado los siguientes valores: $VZ = 6.2V$, $f = 4MHz$ y $C = 5 nF$. Teniendo en cuenta que los pulsos nucleares están normalizados entre 0 y 10V, un valor de $V = 10V$ deberá dar el valor máximo D según el número de canales que se desea. Un grupo de tres jumper switch en el ADC permiten seleccionar diferentes valores de R en función del número de canales:

2048 canales ($D=2048$), $R \approx 55.2K$
 1024 canales ($D=1024$), $R \approx 27.6K$
 512 canales ($D= 512$), $R \approx 13.8K$

Trimpots multivoltas permiten hacer un ajuste fino de estos valores para realizar la calibración electrónica de cada una de las escalas del ADC. Considerando que el ADC será utilizado con detectores de centelleo, los cuales intrínsecamente poseen baja resolución, un máximo de 2048 canales (11 bits) es suficiente.

Se puede calcular, por ejemplo, con las ecuaciones anteriores que el tiempo de descarga (t_c) de un pulso de 10V, para 1024 canales, es de 51.2 μ segundos. A este valor se debe agregar el tiempo requerido para el muestreo y retención del detector de pico (6 μ segundos) y los tiempos adicionales para la sincronización. Considerando estos valores se ha estimado un tiempo máximo de conversión de 60 μ segundos. (con 1024 canales). Valor que será menor dependiendo de la altura del pulso que es convertido.

3.2 La interfaz USB

La interfaz entre el ADC y la PC se realizó a través de un microcontrolador (μ C) PIC18F2550 [4] el cual posee un módulo USB 2.0 y 23 líneas de E/S entre otro hardware adicional. Para la interconexión del ADC se requieren 11 líneas correspondientes al valor de conversión digital del pulso nuclear y 1 línea para la señal de fin de conversión (EOC). Las demás líneas son utilizadas: 2 en el puerto USB, 3 para LED's indicadores y 2 para la comunicación ISCP destinada a programar del μ C (Figura 3).

El firmware para el microcontrolador se escribió en lenguaje C con el compilador MPLAB C18 [5] el cual está integrado en el entorno de desarrollo MPLAB IDE.

El dispositivo opera a partir de un cristal de 20 MHz, frecuencia que es elevada hasta 48 MHz, mediante un PLL y un divisor de frecuencia, que son necesarios para el funcionamiento del módulo USB. La velocidad del CPU es $\frac{1}{4}$ de la frecuencia del cristal: 12 MIPS (millones de instrucciones por segundo) [4].

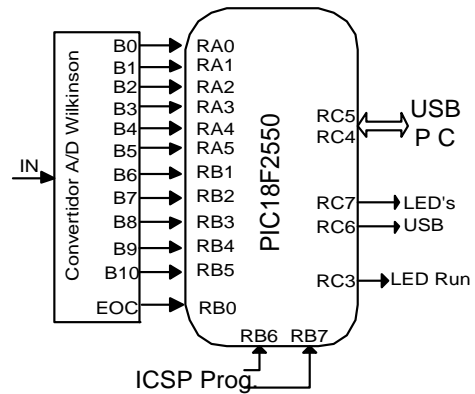


Figura 3. Esquema simplificado de la conexión entre el ADC y la PC a través del μ C con USB.

La señal EOC del ADC está conectada al pin RB0 del microcontrolador. Este pin genera una interrupción de hardware con cada flanco de bajada de EOC; lo que interrumpe cualquier proceso en el μ C con la finalidad de leer la palabra digital (D) de conversión y enviarla directamente al PC a través del USB.

La comunicación entre el μ C y la PC se realiza con la especificación CDC (Communications Device Class) de USB [6], esto permite “ver” la conexión desde la PC como un puerto RS-232 de alta velocidad. Este método de comunicación ha sido implementado anteriormente en [7] y ya ha demostrado su utilidad.

Para el firmware en el microcontrolador, se ha utilizado el ejemplo “USB Device - CDC Basic Demo” contenido en la librería “Microchip USB Firmware Framework v.2.3” [8]; el cual ha sido modificado para esta aplicación.

3.3 El programa de control

En el lado de la PC se ha desarrollado un programa de control escrito en Fortran 95. Para la comunicación se utilizó la librería SciComm de MicroGlyph [9] que proporciona acceso a la API's de windows para la comunicación serial. También se han utilizado las librerías gráficas de Winteracter para Windows.

El programa, en su concepción más sencilla, recibe uno por uno bloques de 4 bytes enviados por el ADC y que contienen la información de la palabra digital (D) correspondiente a la altura del pulso que ha sido convertido.

Este valor D es usado para direccionar una posición de memoria, dentro de un vector (array), e incrementar en uno el valor almacenado en esa posición. De esta forma, se va construyendo en el array, el histograma acumulativo de las alturas de los pulsos, que a su vez corresponden con la energía de la radiación detectada.

Para evitar perder información por sobrecarga del CPU, la actualización del gráfico en el monitor se realiza únicamente cada segundo.

El programa también envía al μC los comandos de inicio (Start) y parada (STOP) que habilitan al μC para aceptar o no los datos recibidos desde el ADC.

Funciones de temporización automática (timer) además de algoritmos de suavizado de espectros mediante convolución entre otras opciones también fueron incluidos dentro del programa de control.

3.4 La cadena de instrumentación

El ADC y la interfaz USB fueron probados con una cadena de centelleo para lo cual se utilizó un detector de NaI(Tl) de 2" x 2" marca Ortec Mod. 905-3 y fotomultiplicador/preamplificador Canberra, Mod. 2007P. Además de una fuente de alta tensión Ortec, Mod. 478; un amplificador Canberra, Mod 2015A y un generador de pulsos nucleares marca BNC, mod. PB-5, todos ellos instalados dentro de un portamódulos NIM Ortec Mod. 4001C. Por último, una fuente de alimentación de doble polaridad de 15V marca Trio se utilizó para la operación del módulo ADC. La interfaz USB es alimentada directamente del conector USB de la PC.

4. Resultados y Discusión

Se obtuvieron espectros de radiación gamma de fuentes patrón de Cs-137 (Figura 4) y Co-60 (Figura 5) con actividades de 0,7 y 0,9 μCi respectivamente.

En ambos casos se configuró el ADC para operar con 1024 canales y tiempos de colección de 2000 segundos. El voltaje de operación del detector fue de 600V. Debido al deficiente apantallamiento eléctrico de los equipos, se observó un pequeño nivel de ruido que genera un falso pico en la zona de bajas energías (por debajo del canal 50), por

lo cual ha sido necesario elevar el nivel umbral inferior del detector de pulsos, lo que produce canales con cero cuentas en ese intervalo.

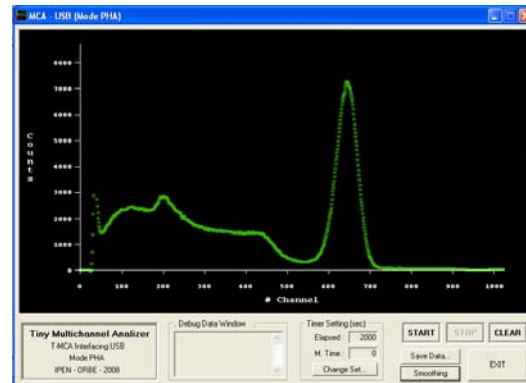


Figura 4. Espectro obtenido de Cs-137.

La resolución obtenida para el fotopico de Cs-137 (Figura 4), posterior a la calibración en energía del espectro fue:

$$Res(\%) = \frac{691.7 - 632.2}{662} \cdot 100 = 8.99\%$$

Valor que se encuentra dentro del esperado para este tipo de detectores cuya resolución intrínseca es entre 8 % y 9 %. El ruido producido por el deficiente apantallamiento eléctrico podría haber producido también una cierta degradación de la resolución total con respecto al valor de resolución intrínseca del detector.

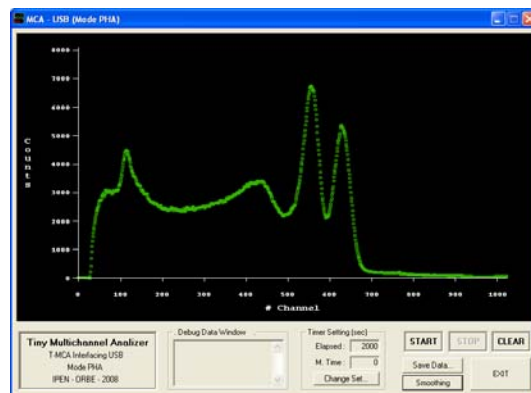


Figura 5. Espectro obtenido de Co-60.

Finalmente, se verificó la linealidad integral del MCA utilizando el generador de pulsos BNC PB-5 a una frecuencia de 2 KHz. La altura de los pulsos fue variada en intervalos de 1 V y en los extremos en intervalos de 0.5 V. Los valores tabulados, de conversión,

correspondientes se muestran en la Figura 6 donde se observa la excelente correlación lineal entre el voltaje de entrada y el valor digital correspondiente entregado por el ADC.

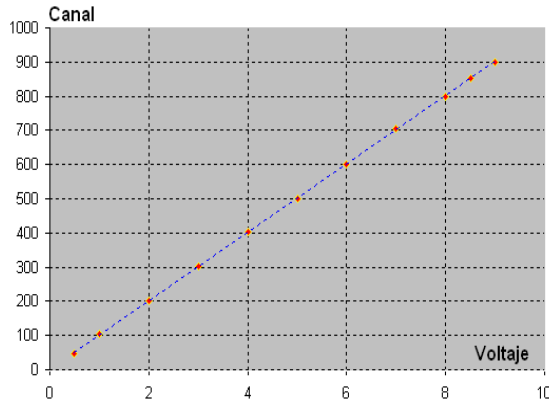


Figura 6. Gráfico de linealidad integral. Se observa la buena correlación entre la altura de los pulsos de entrada y el valor de conversión (canal).

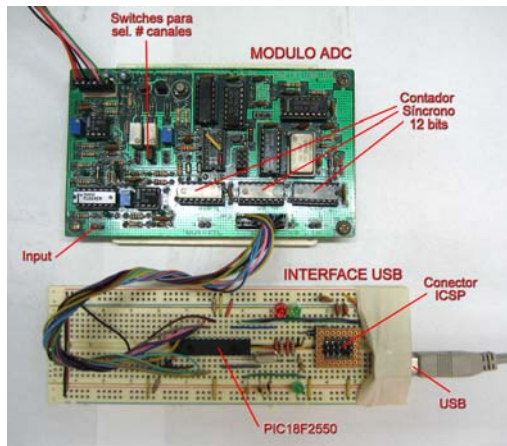


Figura 7. Imagen mostrando el módulo ADC y la interfaz USB montada sobre un protoboard.

5. Conclusiones

La resolución y la linealidad obtenidas satisfacen perfectamente los requerimientos de detectores de centelleo facilitando la implementación de cadenas de espectrometría.

Se ha logrado poner operativo un MCA para aplicaciones con detectores de centelleo, a un costo bastante bajo comparado con los equipos comerciales.

Es posible realizar la modernización de equipos complejos de forma simple y económica a través de interfaces USB, como el caso del MCA descrito, mediante dispositivos electrónicos modernos y realizando gran parte de las funciones requeridas, a través del desarrollo de software.

6. Bibliografía

[1] Baltuano O. Sistema de detección y procesamiento de señales originadas por radiación gamma retrodispersada. [Tesis para optar el título de Ingeniero Electrónico]. Lima, Perú: Universidad Ricardo Palma; 1995.

[2] Sinderman J. Curso de instrumentación nuclear. Comisión Nacional de Energía Atómica. Buenos Aires:Argentina; 1990.

[3]International Atomic Energy Agency. Tópicos selectos de electrónica nuclear. IAEA-TECDOC-363. Vienna:Austria; 1988.

[4]Microchip Inc. PIC18F2455/2550/4555 /4550 Data Sheet. 28/40/44-Pin, High Performace, Enhanced Flash, USB Microcontrollers with Nano Watt Technology. USA. 2007.

[5] Microchip Inc. MPLAB C18 C Compiler User's Guide. USA, 2005.

[6] USB Implementers Forum Inc. USB class definitions for communication devices. Version 1.1; 1999.

[7] Baltuano O. Desarrollo de un escalímetro multicanal con conexión USB para monitoreo y registro del flujo de neutrones en los conductos de irradiación del RP-10. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico y Tecnológico 2008. Lima:Perú [En prensa].

[8] Microchip Inc. Microchip USB Device firmware framework. User's Guide. USA. 2008.

[9]MicroGlyph Systems. SciComm Serial Communication Library Version 7.0. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.microglyph.com/>

Modernización electrónica del sistema neumático finlandés “Rabbit”

Oscar Baltuano*, Javier Gago

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se describe el desarrollo de un nuevo módulo electrónico para el control del sistema neumático Finlandés “Rabbit”, utilizado rutinariamente para el envío de muestras al núcleo del reactor RP-10. El control electrónico analógico original es bastante antiguo y los repuestos son difíciles de obtener. Por esta razón, el sistema frecuentemente se encontraba fuera de operación. Un nuevo sistema de control electrónico, totalmente digital ha sido desarrollado en el Laboratorio de Desarrollo Electrónico del Centro Nuclear de Huarangal. Este sistema es configurable, confiable y más fácil de usar. Se muestran aquí los detalles de diseño, consideraciones de operación y sus resultados.

Abstract

This paper describes the development of a new electronic module for control of the Finnish pneumatic system “Rabbit”, which usually use to send samples to RP-10 reactor core. The original analog electronic control is very old and replacement parts are very hard to obtain. Because of this, the system frequently was inoperative. A new electronic control system, fully digital, has been developed in the Electronic Development Laboratory of Huarangal Nuclear Center. This system is configurable, reliable and easier to use. Design details, operating considerations and its results are shown here.

1. Introducción

El sistema neumático finlandés “Rabbit” forma parte de los diversos equipos que se disponen para la utilización del reactor RP-10. Fue fabricado en el Reactor Laboratory del Technical Research Centre of Finland (TVV) y se adquirió en la década de los años 80 con la finalidad de facilitar el envío de muestras para ser irradiadas en el núcleo del reactor. Este sistema está formado por la unidad neumática que incluye una compresora, un conjunto de electroválvulas y los sistemas eléctricos (transformadores y relays de alta potencia) necesarios para su control, todo ello dentro de un gabinete cerrado (Figura 1). También dispone de un módulo electrónico, el cual realiza el control del sistema neumático para el envío y/o retorno de las muestras, además de controlar del tiempo de irradiación. Completan el sistema, el cabezal de irradiación y el conjunto de mangueras a través de las cuales se transporta la muestra.

Este sistema neumático se puso en operación en el año 1993 y durante un período prolongado ha venido funcionando de manera rutinaria sin presentar problemas significativos. Sin embargo, desde hace algunos años, las tareas de mantenimiento del

módulo de control electrónico han sido cada vez más frecuentes y muchas de las funciones originales han sido deshabilitadas al dañarse alguno de sus componentes, los cuales por antigüedad, ya no están disponibles en el mercado.



Figura 1. Imagen de las electroválvulas y relays de alta potencia.

* Correspondencia autor: obaltuano@ipen.gob.pe

Por esta razón y contando con la disponibilidad tecnológica para realizar la repotenciación del módulo de control electrónico, mediante el uso de una solución digital confiable y económica, se procedió al desarrollo y posterior puesta en operación de un nuevo módulo de control electrónico que no solo cumple las funciones del antiguo módulo analógico, sino que además se agrega nuevas opciones de operación.

2. Diseño Electrónico

2.1 Consideraciones de diseño

Se plantearon algunos requerimientos para facilitar el uso del sistema electrónico por parte del usuario, brindándole mejores prestaciones así como funciones de escalabilidad y facilidad de actualización. En las opciones para el usuario se incluyó un teclado matricial para la programación y operación, un módulo LCD para visualización de mensajes y una interface serial RS-232 para interconexión con otros periféricos o una PC.

La secuencia misma de operación de las electroválvulas fue establecida mediante ingeniería inversa, porque no se encontró la documentación detallada de la secuencia de operación.

2.2 Secuencia de funcionamiento de electroválvulas

La etapa neumática del sistema Rabbit, consta básicamente de 6 electroválvulas trabajando en pares, 4 de estas válvulas forman una configuración tipo “puente”, la cual permite cambiar el flujo de aire para realizar el envío (válvulas 1 y 4) y el retorno (válvulas 2 y 3) de la muestra a, y desde el cabezal de irradiación. Las válvulas 5 y 6 son de menor tamaño y su configuración permite cambiar el flujo de aire para disminuir la velocidad con que es transportada la muestra. Las válvulas 1 a 4 son normalmente cerradas (bloqueado el flujo de aire), en tanto las válvulas 5 y 6 son normalmente abiertas. Adicionalmente cuenta con una bomba centrífuga multicelular de aire para crear el flujo neumático necesario para impulsar la muestra. Dos sensores ópticos infrarrojos montados sobre el tubo cerca a la piscina del reactor, permiten determinar cuando la muestra ha llegado a la piscina, lo cual

desactiva el motor de la bomba centrífuga y las válvulas correspondientes. El motor es controlado por un contactor trifásico de alta corriente. Este contactor y las electroválvulas son controladas a través de 4 relays de alta corriente instalados dentro del gabinete que contiene los elementos neumáticos. Todo el sistema eléctrico es alimentado por un autotransformador de alta potencia que proporciona los 24VAC requeridos para la operación de las electroválvulas.

El sistema de control electrónico original del Rabbit está formado por varios módulos totalmente analógicos, que durante los años de uso se le habían realizado diversas modificaciones. Debido a la falta de disponibilidad de los componentes, algunas funcionalidades habían dejado de operar como por ejemplo el modo automático y el temporizador por lo cual únicamente estaba disponible el modo de operación manual.

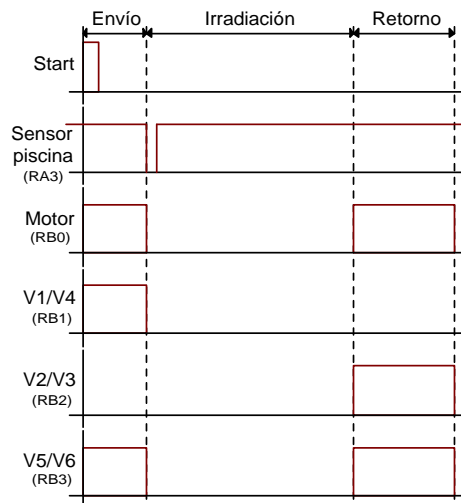


Figura 2. Secuencia de funcionamiento para operación en modo automático.

Utilizando ingeniería inversa se determinó la mejor secuencia de funcionamiento de los componentes neumáticos para la operación del sistema. Esta secuencia se observa en la Figura 2, una de las consideraciones tomada en cuenta fue la de prescindir el uso de dos sensores en boca de tanque de la piscina del reactor. Los dos sensores eran utilizados para determinar la dirección de movimiento de la muestra, que en este caso no era determinante. Por otro lado, la activación o no de las válvulas 5 y 6 no representaban cambios significativos en el flujo de aire, se observó que manteniendo las válvulas

cerradas (solenoides activados) el flujo de aire era mayor y por tanto menores los tiempos de envío y retorno. La variación del tiempo oscilaba en el orden de 1 a 2 s.

2.3 Ingeniería básica

De acuerdo con las consideraciones de diseño, se optó por una solución totalmente digital. Teniendo en cuenta que el sistema de control no sería dependiente de una PC excepto para algunas tareas de sincronización y/o transferencia de información, éste debería operar en modo stand-alone. Debido a los requerimientos de un teclado, un módulo LCD y un puerto de comunicación serial se decidió la utilización de un microcontrolador PIC16F877 de Microchip [2]. Este dispositivo posee 33 líneas de entrada y salida, un puerto RS-232 entre otros periféricos. Un teclado matricial de 4x4 permite realizar toda la configuración del dispositivo y junto con algunos pulsadores adicionales es posible realizar la operación completa del mismo. Un módulo LCD de 16x2 caracteres es utilizado para visualizar los mensajes durante la operación y configuración del sistema.

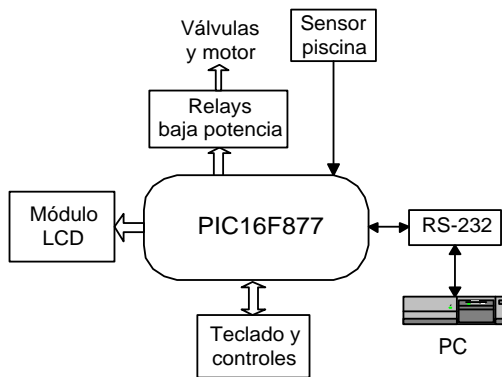


Figura 3. Diagrama de bloques del control electrónico.

Un juego de 4 relays de baja corriente y 12VCC instalados directamente sobre la tarjeta de impreso son utilizados para activar los relays de alta corriente y 24VAC ubicados en el gabinete de componentes neumáticos.

2.4 Firmware

El firmware o programa para el microcontrolador ha sido escrito en lenguaje C, utilizando el compilador Hi-Tech [3] para la familia PIC16F e integrado dentro del

entorno de desarrollo MPLAB IDE de Microchip. El módulo LCD ha sido configurado para operar en modo de 4 bits con retardos de software para la temporización. La tasa de transferencia para la interface serial es de 9600 baudios, 8 bits datos, 1 bit de parada y sin paridad. Se puede controlar de forma remota la unidad, a través de la conexión serial, para el envío o retorno de muestras. Las demás funciones de configuración deben hacerse a través del teclado. Aún cuando es posible adicionarle mayor funcionalidad por el puerto serial, esto no ha sido necesario por cuanto la unidad trabaja en modo stand-alone.

Se han utilizado las librerías de control LCD, comunicación USART, temporización Delay y acceso a la EEPROM que proporciona el propio compilador C de Hi-Tech, las cuales han sido configuradas para cumplir con los requerimientos de la aplicación.

El funcionamiento durante la operación de envío/retorno se basa en una máquina secuencial, en la cual, cada estado configura los relays y verifica los sensores correspondientes. Cuando el sistema no se encuentra en operación de envío/retorno se puede acceder al menú de configuración, el cual permite modificar los siguientes parámetros:

- a. *Modo de funcionamiento:*
Automático, Manual
- b. *Sensores ópticos:*
Habilitados, Deshabilitados
- c. *Tiempo de irradiación:*
Mín: 10 seg, Máx: 6500 seg.
- d. *Tiempo de envío máximo:*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- e. *Tiempo de retorno máximo:*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.

El microcontrolador opera a partir de un cristal de 4MHz, con lo cual se obtiene una tasa de 1 MIPS (mega instrucciones por segundo) la cual es suficiente para cubrir los requerimientos de operación.

Se utilizan dos tipos de temporizaciones; las de software para el control del LCD, el teclado, el acceso a la EEPROM entre otras, y la temporización de hardware utilizando el TIMER1 del microcontrolador. Esto permite que el funcionamiento de la máquina secuencial no se vea bloqueado al realizar

una temporización, como por ejemplo durante la irradiación. El TIMER1, adecuadamente configurado, nos da una exactitud de 99.95 % en la medición del tiempo.

Se ha procurado dotar al firmware de las mayores funcionalidades para facilitar al usuario la operación de equipo. Diversos mensajes son visualizados en el módulo LCD tanto en operación como durante la configuración. Se ha procurado una interactividad con el operador bastante simple e intuitiva. Para mayor información y detalles sobre el funcionamiento del equipo refiérase al Manual de Usuario [4] del mismo.

3. Puesta en Operación, Resultados y Discusión

Finalizado el proceso de montaje de todos los componentes y considerando los criterios de diseño, se procedió a realizar las pruebas de operación en las cuales se verificó que la operación de las válvulas 5 y 6 no producían cambios significativos durante los tiempos de envío/retorno. Sin embargo, estos tiempos fueron menores cuando dichas válvulas se encontraban activas (cerrando el flujo de aire). Por esta razón se optó por activarlas durante las operaciones de envío/retorno (Figura 2).

La secuencia de envío se habilita hasta que la muestra se haya detectado en el sensor óptico que se encuentra en boca de tanque del reactor. En caso de no detectarse la muestra, la operación de envío se prolonga hasta el valor que haya sido programado en el menú de configuración: *Tiempo de envío máximo*.

Debido a que no existe un sensor óptico cerca de la estación de envío de muestras, durante el retorno no es posible determinar la llegada de la muestra. Por esta razón, el tiempo de retorno es fijo y determinado por el valor de *Tiempo de retorno máximo* del menú de configuración.

Un problema de funcionamiento se evidenció durante las pruebas preliminares de operación. Se observó que luego de proceder a desactivar una carga inductiva, como son las bobinas de los relays y las bobinas de las electroválvulas, se producía un reset del microcontrolador. Este fenómeno muy conocido y difícil de eliminar es producido por el pulso de corriente inverso que se

genera al desconectar una bobina. Los filtros en las líneas de alimentación entre otras medidas no son suficientes, y considerando que estos dispositivos operan con tensión AC, se procedió a la instalación de redes snubber [5] (circuito RC) tanto en las bobinas de las electroválvulas como en los switches de los relays de baja potencia, Figura 4.

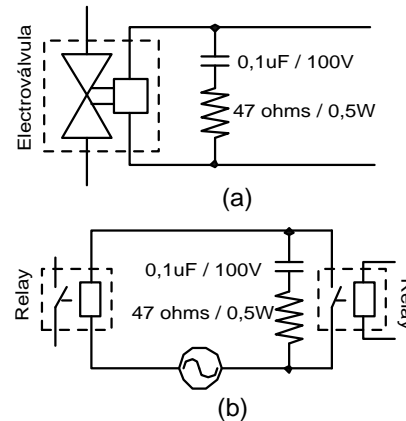


Figura 4. Redes snubber (a) directamente en la carga inductiva, recomendado, y (b) en el switch de contacto del relay.

A pesar de las precauciones tomadas para evitar los ruidos que alteran el funcionamiento del sistema electrónico, se observó que ocasionalmente se producían estas fallas, probablemente por lo ruidoso del ambiente eléctrico dentro del hall del reactor. Se añadió para ello la facilidad del firmware de poder identificar un evento de reset durante la operación de envío/retorno. Esto se logra almacenando el estado actual de la máquina secuencial en la memoria EEPROM del controlador. Durante un evento del reset del mismo, el controlador verifica si hubo una interrupción en la secuencia, y de ser así, continúa la secuencia pendiente a partir del punto en el que se produjo la interrupción.

Finalmente, las mediciones de los tiempos de envío y retorno, utilizando una muestra con un peso estándar, dieron un tiempo 12-14 segundos como promedio de envío y 8-10 segundos como promedio para el retorno.

4. Conclusiones

El módulo desarrollado ha cumplido todas las especificaciones iniciales y ha proporcionado mayor facilidad y confiabilidad a las tareas de envío de muestras al núcleo del reactor.

El uso de tecnología digital ha permitido reducir significativamente los costos del equipo y dotarlo de más funcionalidades que el módulo analógico original.

Dos características adicionales permitirían mejorar aún más la operación del mismo: la instalación de un sensor adicional muy cerca de la estación de envío de muestras para reducir el tiempo de operación de la bomba durante el retorno de la muestra, y por otro lado, la interconexión del módulo de control, vía puerto RS-232, con algún sistema integrado de gestión de los equipos electrónicos, lo que permitiría operarlo a distancia, reduciendo la dosis recibida por el usuario.



Figura 5. Módulo de control original (izquierda) y el nuevo módulo desarrollado (derecha).

5. Agradecimientos

Al personal del Taller Mecánico, Tec. Yuri Hernández e Ing. Mario Mendoza por su apoyo en las tareas de montaje del gabinete. Al personal de los Laboratorios de Química Analítica Lic. Pablo Mendoza, Lic. Marco Ubillus, Lic. Patricia Bedregal, Lic. Eduardo Montoya por su colaboración en calidad de usuarios finales.

6. Bibliografía

[1] Technical Research Centre of Finland Reactor Laboratory. Pneumatic Rabbit System Manual.

[2] Microchip Inc. PIC16F87X Data Sheet.

[3] Hi-Tech Software. PICC STD Compiler Manual, 2008.

[4] Baltuano O. Manual de Operación y Mantenimiento de Módulo de Control Electrónico Orión para Sistema Neumático Finlandés Rabbit. [Informe Interno]. 2008.

[5] Todd P. Snubber Circuits: Theory, Design and Application. Seminar Manual SEM-900. 1993.

Desarrollo de control electrónico para el sistema neumático del Laboratorio 29

Oscar Baltuano*, Javier Gago, Yuri Hernández

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Un módulo electrónico para el control del sistema neumático, recientemente instalado en el Laboratorio 29 del reactor RP-10, ha sido desarrollado íntegramente en el Laboratorio de Desarrollo Electrónico del centro nuclear de Huarangal. Este módulo está basado en la misma arquitectura usada en el sistema neumático "Rabbit" pero se le han incluido nuevas capacidades, un control más preciso de las operaciones de envío/retorno, así como una interface a una red CAN (Controller Area Network).

Abstract

An electronic module for controlling the pneumatic system, which recently has completed its installation in the Laboratory 29 of RP-10 reactor, has been developed at the Electronic Development Laboratory of Huarangal Nuclear Center. This module is based on the same architecture used in the "Rabbit" pneumatic system but new capabilities have been included, such as, a more precise control of the send/return operations and a CAN interface (Controller Area Network).

1. Introducción

El reactor RP-10 desde su puesta en operación está equipado con diversos sistemas que permiten el uso de las facilidades tanto internas como externas al núcleo del reactor. Una de ellas es el sistema de transporte de muestras desde el laboratorio 29, instalado inicialmente por la Comisión de Energía Atómica (CNEA) de Argentina. Debido a su complejidad, en un inicio, estaba conectado con facilidades similares en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR). Este sistema no llegó a ser ampliamente utilizado y fue reemplazado poco tiempo después, por el Sistema Neumático Finlandés Rabbit, mucho más compacto y autónomo, y por tanto más confiable.

Aspectos de seguridad radiológica por parte de los usuarios de los sistemas neumáticos de envío de muestras, hicieron necesario el replanteamiento de la utilización del sistema neumático de procedencia argentina que operaba desde el laboratorio 29. Sin embargo, debido a su complicado diseño y operación, se optó por el diseño y construcción de un nuevo sistema en reemplazo del sistema argentino, utilizando la filosofía de operación simple y autonomía del sistema finlandés. Este nuevo sistema incluyó el montaje y la

instalación de 6 electroválvulas en configuración puente (Figura 1) y una bomba de vacío, la instalación de las mangueras para el transporte de las muestras y el montaje de un tablero eléctrico para el control manual de la secuencia de operación [1].

Recientemente, se finalizó el montaje de todos los elementos anteriores y una vez verificada la adecuada operación, usando el tablero manual, se hizo evidente la necesidad de contar con un control totalmente electrónico para automatizar las tareas de envío/retorno de muestras.

Se utilizó la experiencia ganada en el desarrollo del control electrónico para el sistema finlandés "Rabbit" [2] para el diseño de un equipo similar pero adaptado a las necesidades de este nuevo sistema neumático; incluyéndole además, mayores prestaciones de cara al usuario, mejores niveles de seguridad durante la operación y fundamentalmente la posibilidad de interconectarse en el futuro a la Red Integrada de Control y Comunicación de Instrumentos Analíticos (RICCIA) [3], proyecto en proceso de ejecución y que se basa en la interconexión de los instrumentos analíticos a través de microcontroladores

* Correspondencia autor: obaltuano@ipen.gob.pe

comunicándose sobre una red CAN (Controller Area Network) [6].

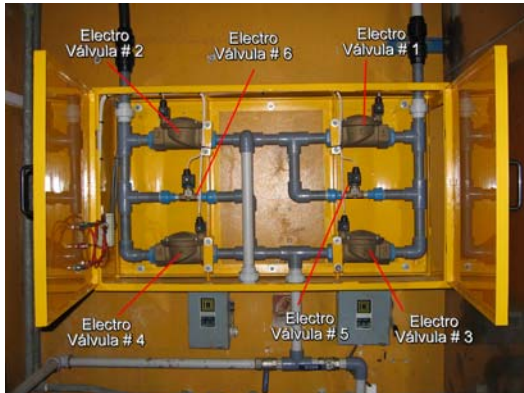


Figura 1. Primer plano de las electroválvulas neumáticas instaladas en configuración puente.

2. Diseño Electrónico

2.1 Consideraciones de diseño

Dentro de los requerimientos usuales se tuvieron en cuenta los necesarios para brindar escalabilidad, facilidad de uso, facilidad de actualización, confiabilidad y comunicación remota. Se han considerado; un teclado matricial para programación y operación, un módulo LCD de 20 x 4 caracteres para visualización de mensajes, un módulo CAN para comunicación, el uso de 3 sensores ópticos para monitorear el recorrido de la muestra en todo el trayecto y un modo de funcionamiento adicional denominado “batch”, para centralizar la operación del sistema en una computadora maestra y sincronizar las tareas con el resto de instrumentos analíticos.

La secuencia de operación de las electroválvulas, la bomba de vacío y demás componentes ya fue establecida durante el proceso de diseño de las etapas neumáticas [1], por tal razón esta información es la que determinó el funcionamiento de la máquina secuencial.

2.2 Secuencia de funcionamiento de electroválvulas

El sistema neumático de válvulas es muy similar al utilizado en el sistema “Rabbit”. 4 electroválvulas en configuración puente permiten cambiar la dirección del flujo de aire. Dos válvulas más pequeñas controlan el caudal de aire para permitir modificar la

velocidad con que se trasladan las muestras por las tuberías. La Tabla 1 resume la operación de estas válvulas.

Tabla 1. Descripción de electroválvulas.

#	Descripción
EV1, EV4	Envío de muestra
EV2, EV3	Retorno de muestra
EV5, EV6	Control de flujo de aire

El control de las electroválvulas se realiza mediante 3 relays de baja corriente instalados en el gabinete del control electrónico. El uso de relays de baja corriente, es posible debido a que las válvulas operan directamente con 220VAC, lo que permite que el consumo de corriente esté por debajo de 100 mA.

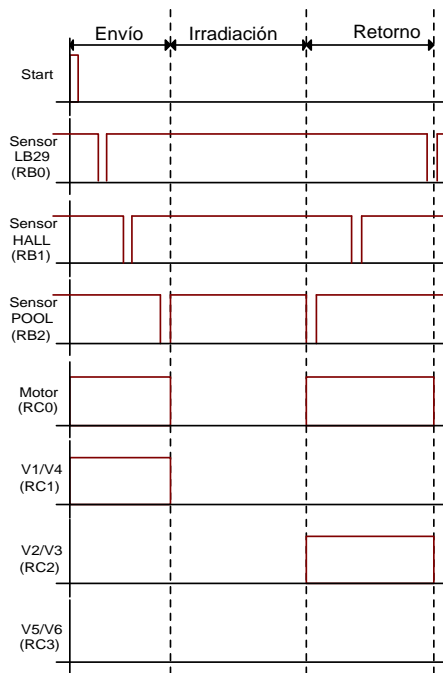


Figura 2. Secuencia de operación simplificada para funcionamiento en modo automático.

La bomba de vacío opera con un motor trifásico accionado por un contactor electromecánico que a su vez es controlado mediante un relay de baja corriente en el gabinete del control electrónico.

El seguimiento de la muestra a través de la tubería de transporte se realiza mediante 3 sensores ópticos instalados en la manguera principal, denominados LB29, cerca de la estación de envío de muestras; HALL, en la sala experimental del RP-10 y POOL, en boca de tanque del reactor.

Excepto por EV5 y EV6 que tienen lógica invertida y los 3 sensores para el seguimiento de la muestra, el funcionamiento es idéntico al del sistema finlandés Rabbit [2]. La Figura 2 es una representación simplificada de la lógica de operación.

2.3 Ingeniería básica

Las consideraciones de diseño son similares a [2], sin embargo fue necesario realizar algunas modificaciones importantes.

Previendo la conexión de este sistema a la red de instrumentos analíticos, se cambió el módulo LCD, por uno de 20 caracteres x 4 líneas que permite visualizar mayor cantidad de información. Se mantuvo el teclado matricial de 4x4 para la configuración y se adicionaron algunos botones para incluir nuevas funcionalidades.

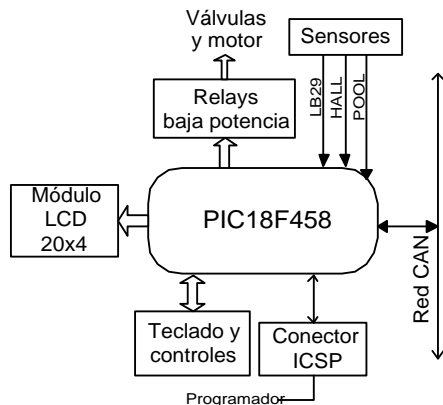


Figura 3. Diagrama de bloques del control electrónico.

Un juego de 4 relays de baja corriente y 12VCC instalados directamente sobre la tarjeta de impreso son utilizados para controlar las electroválvulas y el contactor que activa/desactiva la bomba de vacío, todos operando a 220VAC.

La modificación más importante y que requirió cambiar totalmente el firmware fue el uso de un microcontrolador PIC18F458 [5]. Esto debido a la necesidad de una mayor potencia de cálculo y la inclusión de un módulo CAN que este tipo de dispositivo ya posee de forma integrada (Figura 3).

Aún cuando no se encuentran totalmente definidas las características de la red CAN, considerando la distancia máxima del cable de comunicación que será utilizado (300 m) y de acuerdo a las especificaciones del estándar

CAN, para esta longitud de cable se estableció una tasa de transferencia de datos de 100 kbps. Información que es necesaria para establecer los parámetros de comunicación de la red y por lo tanto de funcionamiento del microcontrolador.

Finalmente, se previó dotar al módulo de control electrónico de un conector para realizar la programación del microcontrolador mediante ICSP. Esto con la finalidad de no retirar frecuentemente el chip durante los procesos de grabación del firmware. Esto permite grabar el chip directamente en la tarjeta de impreso, sin necesidad de abrir el gabinete.

2.4 Firmware

El programa para el microcontrolador ha sido escrito en lenguaje C, utilizando el compilador MPLAB C18 e integrado dentro del entorno de desarrollo MPLAB IDE de Microchip. El módulo LCD ha sido configurado para operar en modo de 4 bits con retardos de software para la temporización. La tasa de transferencia para la interface CAN ha sido establecida en 100 kbps. La unidad puede ser operada de forma remota a través del módulo CAN sin embargo la implementación de todas las funciones de control remoto están por implementarse luego de establecer el protocolo sobre el cual operará la red CAN.

Las funciones de configuración se hacen a través del teclado matricial. En este punto, la unidad se encuentra totalmente operativa para funcionar en modo *stand-alone*.

El fabricante del microcontrolador proporciona una utilidad denominada Microchip Application Maestro, con la cual se generan los archivos fuente y de cabeceras para la configuración y utilización de diversas funciones del dispositivo. Se utilizó en esta aplicación, las librerías "XLCD for C Language" Rev. 1.0 y "CAN driver (Interrupt Driven) for C" Rev. 1.1. La librería XLCD configura el módulo LCD para operar en modo de 4 bits y retardo de software para la temporización. La librería CAN configura las rutinas de servicio para operar por interrupción y con los parámetros mostrados en la Tabla 2.

Las rutinas de acceso a la EEPROM han sido elaboradas de forma independientemente a

partir de las especificaciones del fabricante. El modo de operación normal permite identificadores de 11 bits, con lo cual se pueden configurar hasta 2048 mensajes correctamente priorizados.

Se utiliza un cristal de 16 MHz, que proporciona 4 MIPS (mega instrucciones por segundo). Con este valor y considerando los valores de la Tabla 2, se obtienen una velocidad de transferencia de 100 kbps.

Del mismo modo que [2], se utilizan dos tipos de temporizaciones: las de software para el control del LCD, el teclado, el acceso a la EEPROM entre otras; y la temporización de hardware utilizando el TIMER1 del microcontrolador. Esto permite que el funcionamiento de la máquina secuencial no se vea bloqueado al realizar una temporización, como por ejemplo durante el período de irradiación. El TIMER1, adecuadamente configurado, proporciona una exactitud de 99.98% en la medición del tiempo. Valor que satisface holgadamente los requerimientos del usuario.

El funcionamiento durante la operación de envío/irradiación/retorno está basado en una máquina secuencial en la cual cada estado configura los relays, verifica los sensores correspondientes y proporciona los retardos necesarios. Cuando el sistema no se encuentra en operación de envío/irradiación/retorno se puede acceder al menú de configuración, el cual permite modificar los siguientes parámetros:

- a. *Modo de funcionamiento:*
Automático, Manual, Batch(lotes)
- b. *Sensores ópticos:*
Habilitados, Deshabilitados
- c. *Tiempo de irradiación:*
Mín: 10 seg, Máx: 6500 seg.
- d. *Tiempo de envío máximo I*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- e. *Tiempo de envío máximo II*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- f. *Tiempo de envío máximo III*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- g. *Tiempo de retorno máximo I:*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- h. *Tiempo de retorno máximo II:*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- i. *Tiempo de retorno máximo III:*
Mín: 10 seg. Máx: 60 seg.
- j. *Módulo CAN:*
Habilitado, Deshabilitado

Puede observarse que tanto el tiempo total de envío y retorno ha sido dividido en 3 tramos distintos, los cuales corresponden a los 3 tramos en los que divide el trayecto los 3 sensores ópticos (LB29, HALL, POOL). Esto permite ubicar la muestra en algunos de los tres intervalos.

Para mayor información y detalle sobre el funcionamiento del equipo, refiérase al Manual de Operación y Mantenimiento [1] del mismo.

Tabla 2. Parámetros para operación del módulo CAN interno del controlador.

<i>Parámetro CAN</i>	<i>Valor</i>
Baud Rate Prescaler	8
Synchronized Jump Time	1 x Tq
Number of samples	1
Propagation Time	2 x Tq
Phase Segment 1	3 x Tq
Phase Segment 2	4 x Tq
Mode Operation	Normal

3. Puesta en Operación, Resultados y Discusión

El montaje de todo el sistema electrónico se realizó dentro de una caja o gabinete de acrílico sobre el cual se instalaron los componentes externos (Figura 4).

Durante las pruebas preliminares se observó que las válvulas EV5 y EV6 no cambiaban significativamente los tiempos de envío y retorno. Y debido a que el flujo de aire no representaba riesgo de rotura de las cápsulas porta muestras, se optó por no utilizar dichas válvulas como puede observarse en la Figura 2. Por otro lado, la secuencia de envío se habilita en 3 intervalos que van secuenciándose conforme la muestra es detectada en el sensor correspondiente; y finaliza cuando la muestra se detecta en el sensor óptico de boca de tanque (POOL). En caso de no detectarse la muestra en alguno de los intervalos, éste se prolonga hasta el valor que haya sido programado en el menú de configuración: *Tiempo de envío máximo I, II ó III* según corresponda. La secuencia de retorno tiene idéntica operación que en sentido inverso y se prolonga hasta que la muestra es detectada en el sensor LB29.

Durante la operación se observó ocasionalmente la reinicialización del microcontrolador, producto de los picos de

corriente inversos que se producen al desactivar cargas inductivas considerables. Se procedió entonces a instalar redes Snubber [7] en los contactos de los relays de baja potencia que controlan las válvulas. No fue necesaria una red similar en el relay que controla el contactor electromecánico que activa el motor de la bomba de vacío.

Finalmente, se registraron en promedio, tiempos de envío o retorno de 8 segundos. Pequeñas diferencias se observan dependiendo de las condiciones previas que se encuentran antes de la operación del sistema.

4. Conclusiones

El módulo desarrollado ha cumplido con todas las especificaciones de diseño y las necesidades de los usuarios. Esto ha permitido poner en operación el sistema neumático cumpliendo mayores estándares de calidad y seguridad; lo que ha demostrado la capacidad de desarrollo e innovación que se tiene disponible.

La posibilidad de conectar el módulo electrónico a la red CAN para operar de forma remota le da un valor agregado particularmente importante, al facilitar el modo de trabajo por lotes.



Figura 4. Módulo de control electrónico a la izquierda y tablero para pruebas manuales a la derecha.

5. Agradecimientos

Al personal de los Laboratorios de Química Analítica: Lic. Pablo Mendoza, Lic. Marco Ubillus, Lic. Patricia Bedregal, Lic. Eduardo Montoya, por su colaboración y aporte en calidad de usuarios finales. Al Ing. Mario Mendoza por su apoyo en las tareas de montaje del gabinete.

6. Bibliografía

- [1] Gago J, Mendoza M, Cifuentes E, Hernández Y, Bedregal P, Mendoza P, Baltuano O. Avances en la construcción del sistema neumático de transporte de muestras para el reactor RP-10. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico y Tecnológico 2007. Lima: Perú; 2008. p. 127-132.
- [2] Baltuano O, Gago J. Modernización Electrónica del Sistema Neumático Finlandés Rabbit. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico y Tecnológico 2008. Lima: Perú [En prensa].
- [3] Baltuano O, Montoya E. Propuesta Técnica para Implementación de una Red Integrada de Control y Comunicación de Instrumentos Analíticos (RICCIA). [Informe Interno]. Lima: Perú; 2008.
- [4] Baltuano O. Manual de Operación y Mantenimiento de Módulo de Control Electrónico para el Sistema Neumático del Laboratorio 29. IPEN. [Reporte Interno].
- [5] Microchip Inc. PIC18FXX8 Data Sheet. USA. 2006.
- [6] Robert Bosch GMBH. CAN Specification. Stuttgart, 1991.
- [7] Todd P. Snubber Circuits: Theory, Design and Application. Seminar Manual SEM-900. 1993.

Programa de control de calidad del agua en el sistema secundario de refrigeración del reactor RP-10

Iván Babiche*, Constantino León, Ángel Revilla

Departamento de Mantenimiento de Reactores, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se ha desarrollado un programa de vigilancia de la calidad del agua para el sistema secundario de refrigeración, con la finalidad de evaluar su comportamiento frente a los equipos y componentes del sistema y también su efecto en la instrumentación. El programa incluye una estrategia para la preservación de las tuberías, placas de los intercambiadores de calor, bombas y accesorios en contacto con el agua. Asimismo, se ha implementado un programa de monitoreo y control del agua del sistema secundario de refrigeración, así como del agua de reposición de las torres de enfriamiento. Se ha evaluado los siguientes parámetros: dureza total, alcalinidad M y P, concentración de iones cloruros, hierro total, residual de fosfatos, sólidos totales disueltos, pH y los ciclos de concentración del sistema.

Abstract

A program to monitor water quality for the secondary cooling system has been developed for the evaluation of its behavior against the equipment and system components as well as its effect on instrumentation. The program includes a strategy for the preservation of pipes, plates of the heat exchangers, pumps and fittings in contact with water. Monitoring and control programs for the secondary water cooling system as well as for the replacement of water of the cooling towers were also implemented. The following parameters were evaluated: total hardness, alkalinity M and P, concentration of chloride ions, total iron, residual phosphates, total dissolved solids, pH and concentration cycles of the system.

1. Introducción

El reactor nuclear RP-10 es de tipo piscina, puesto a crítico el 20-11-88. El sistema de refrigeración de su núcleo comprende dos circuitos: un circuito primario, para la remoción del calor generado en el núcleo del reactor, a través de la circulación de agua desmineralizada por los intercambiadores de calor; y un circuito secundario para disipar el calor extraído del primario y liberarlo a través de las torres de enfriamiento.

Planteada la posibilidad del incremento de potencia de operación del reactor, el Grupo de Mantenimiento Químico del RP-10 implementó un programa de mantenimiento preventivo y correctivo para el sistema de refrigeración secundario y conexos, principalmente en el tratamiento químico del agua, considerando la sustitución de tuberías, debido al posible avance de la corrosión ocurrido a lo largo del tiempo de operación.

De no recibir un tratamiento adecuado el agua de refrigeración, podrían presentarse

problemas de corrosión, incrustación y lodos, reduciendo la resistencia mecánica de los materiales estructurales del sistema de enfriamiento, reducción de la eficiencia de los intercambiadores de calor, incremento de la pérdida de carga y reducción del caudal del sistema; como una consecuencia, la reducción en la eficiencia de intercambio de las torres de enfriamiento, aumento del consumo de los productos químicos utilizados en el tratamiento del agua, desprendimiento o deformación del relleno de las torres de enfriamiento, los cuales pueden ocasionar: parada del proceso productivo para realizar operaciones de mantenimiento de los intercambiadores de calor, con la consecuente pérdida económica, reducción de la vida útil de los equipos, aumento del consumo de energía de los motores de las bombas de recirculación y ventiladores [1,6].

* Correspondencia autor: cbabiche@ipen.gob.pe

2. Definiciones

Dureza total del agua. Suma de los iones alcalinos térreos (iones magnesio, calcio, estroncio y bario) fijados en forma de carbonatos, sulfatos, cloruros, nitratos y fosfatos expresados en ppm como CaCO_3 [1,4,6].

Alcalinidad. Es una medida de la capacidad para neutralizar ácidos. Contribuyen a la alcalinidad principalmente los iones CO_3H^- , CO_3^{2-} y OH^- [1,4,6].

Alcalinidad M. (alcalinidad total, anaranjado de metilo). Es aquella que reaccionará con ácidos, mientras el pH de la muestra se reduce hasta el punto final del anaranjado de metilo, a un pH aproximadamente de 4.2 [1,4,6].

Alcalinidad P (fenolftaleína). Son todas las sustancias alcalinas que están por encima de pH 8,2 – 8,4 [1,4,6].

pH. Es una medida de la concentración de iones hidrógeno y se define como $\text{pH} = \log[\text{H}^+]$. Es una medida de la naturaleza ácida o alcalina de la solución acuosa que puede afectar a los usos específicos del agua [1,4,6].

Residual de fosfatos. Es la mínima cantidad de fosfatos que debe estar presente en el agua de las torres, para garantizar que el inhibidor de incrustación continúe actuando [1,4,6].

Sólidos Totales Disueltos (STD). También se la denomina salinidad total y es la medida del peso total del contenido de minerales disueltos en agua, una vez vaporizada [1,4,6].

Ciclos de concentración. En los sistemas de agua de enfriamiento de recirculación abierta, es el número de veces que las impurezas del agua de alimentación se concentran el agua del sistema [1,4,6].

3. Circuito secundario de refrigeración del reactor RP-10

Sistema Secundario. Es el responsable de la transferencia hacia la atmósfera del calor generado en el reactor. Está diseñado para operar continuamente hasta un máximo de 12 MW térmicos y está constituido por tres unidades similares en paralelo. Los principales parámetros de operación del circuito secundario son presentados en la Tabla 1.

Tabla 1. Principales parámetros del sistema de refrigeración secundario del RP-10.

Caudal Volumétrico (máx.)	1650 m ³ /h
Temperatura	33.3 °C
ΔPresión (placas)	1.4 bar
Capacidad Térmica (máx.)	12 MW (térmicos)

El sistema consta principalmente de 3 bombas de recirculación, 3 torres de enfriamiento las cuales tienen 2 pozas cada una, 3 intercambiadores de calor tipo placa, tuberías, válvulas e instrumentación. En la Figura 1 se representa el diagrama de flujo del sistema secundario.

Las tuberías del sistema secundario son de acero al carbono. El cuadro de válvulas permite utilizar cualquier bomba, intercambiador de calor y celda de torre en forma simultánea o independiente.

El monitoreo de la temperatura se realiza a través de termocuplas, instaladas en las tuberías al ingreso a los intercambiadores de calor y su señal es registrada en la sala de control. El monitoreo y control del nivel de agua de las torres se realiza mediante boyas con flotadores magnéticos, las señales de alto y bajo nivel son registradas en la sala de control del reactor, también están instaladas indicadores de presión.

Torres de Enfriamiento. Tienen como función disipar a la atmósfera el calor generado en el reactor. Están instaladas en paralelo y pueden trabajar independientemente o en conjunto. Las torres son del tipo inducido y flujo contra corriente, cada una posee un ventilador para la circulación del aire. Las características de las torres son presentadas en la Tabla 2.

Tabla 2. Características de las torres de enfriamiento.

Fabricante	Sulzer Hnos.
Modelo	EWF 2975/15F15/9D
Carga térmica total	12 MW
Caudal de Operación	1650 M ³ /h
Volumen Total del Sistema	140 M ³
Temperatura _{IN} del agua	33.3 °C
Temperatura _{OUT} del agua	27 °C
Temperatura _{BHU}	22 °C
Relleno y separador de gotas	Poliestireno expandido P.A.I.
Ventiladores (3)	27 HP (c/u)

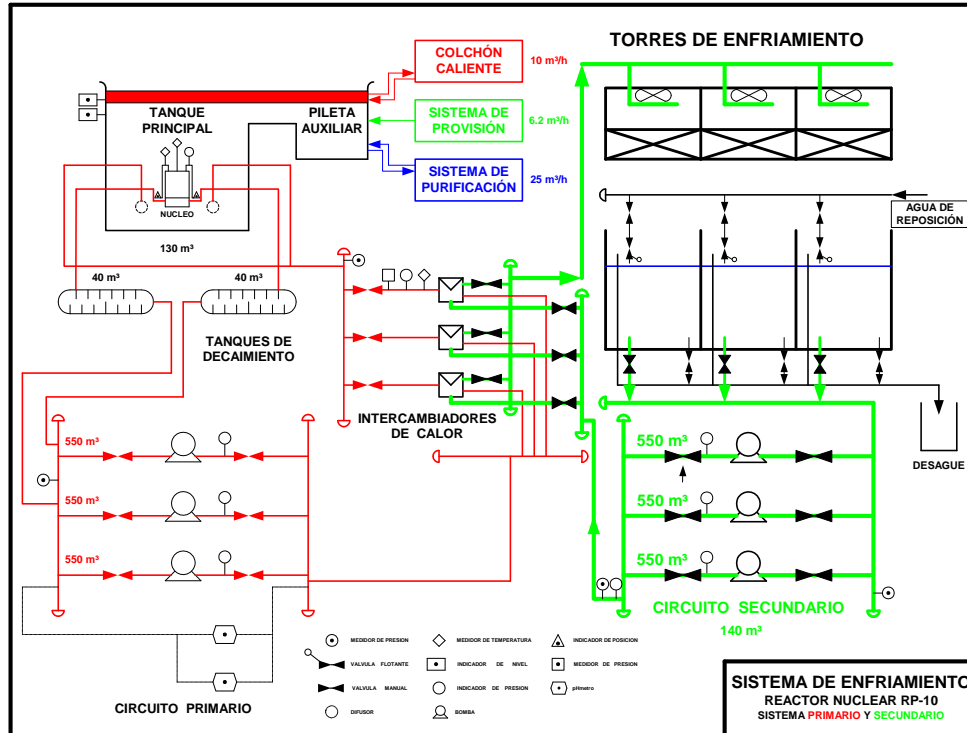


Figura 1. Diagrama de flujo del circuito secundario.

Sistema de enfriamiento abierto con recirculación

El sistema de enfriamiento del circuito secundario del reactor RP-10 es de tipo abierto con recirculación. El agua de refrigeración calentada en $+8\text{ }^{\circ}\text{C}$ en los intercambiadores de calor, retorna por la parte superior de las torres de enfriamiento y al caer a través del distribuidor tipo paneles de relleno y separador de gotas, son atravesadas por el flujo de aire generado por los ventiladores. Esta acción permite que parte del agua se evapore, y consecuentemente disminuya su temperatura. Una porción del agua es arrastrada en forma de pequeñas gotas por el flujo de aire. El agua enfriada es almacenada en las pozas de agua fría, de donde es nuevamente bombeada a los intercambiadores de calor.

El sistema opera como un verdadero concentrador de iones, consecuencia de la evaporación que ocurre en las torres de enfriamiento, incrementando el contenido de cloruros y de otros iones agresivos a los materiales constitutivos del sistema. El contenido de cloruros no debe exceder el límite establecido para que no se produzca

deterioro o corrosión [3]. También las piletas de las torres de enfriamiento presentan condiciones favorables para la proliferación de algas, las que pueden ser controladas mediante la adición de una dosis conveniente de un algicida o biocida [2].

Debido a que el agua que se evapora no arrastra sólidos disueltos, el agua de circulación tiende a concentrarse de tal manera, que el número de ciclos de concentración equivale a la relación entre la concentración de un componente soluble en la fase líquida del sistema y la concentración del mismo en la corriente de alimentación. Para compensar las pérdidas por evaporación, arrastre, salpicaduras y purga, el sistema es alimentado con agua de reposición.

El agua de refrigeración tiene una serie de variables que favorecen la oxidación de los metales, pudiendo provocar corrosión en las placas de los intercambiadores de calor, tuberías y conexiones del sistema. Las sales disueltas y los sólidos en suspensión presentes en el agua de refrigeración pueden provocar depósitos e incrustaciones, principalmente sobre la superficie de las placas de los intercambiadores de calor [2].

La posibilidad de contaminación del agua de refrigeración con sustancias nutrientes de microorganismos y el hecho que las torres de enfriamiento promueven la oxigenación y soleado del agua, originan un medio propicio para la proliferación de microorganismos, principalmente algas, bacterias y hongos. Estos microorganismos se depositan o adhieren en las superficies en contacto con el agua, originando depósitos no endurecidos denominados “lodos”.

Por lo tanto, la corrosión, la incrustación y los lodos formados son los principales problemas que se presentan en un sistema de enfriamiento, si el agua de refrigeración no es tratada adecuadamente.

4. Programa de tratamiento químico al agua del sistema refrigeración secundario

Se ha establecido un programa para el tratamiento químico al agua de refrigeración de las torres de enfriamiento, siguiendo las recomendaciones de la empresa distribuidora de aditivos químicos, cuyo tratamiento está basado en la dosificación de un producto multifuncional (CHEM C20-Cl [2]) para el control de la corrosión e incrustación, y un biocida (CHEM QCL-80 [2]) para el control biológico.

Se recolectaron semanalmente muestras de agua de refrigeración, las mismas que fueron analizadas fisicoquímicamente por la empresa distribuidora de aditivos químicos y sus resultados corroborados en nuestro laboratorio con el fotómetro Merck SQ118 [5].

A continuación, se describen los productos químicos utilizados desde junio del 2007 a diciembre del 2008.

4.1 Inhibidor de incrustación y corrosión:

Denominado CHEM C20-Cl [2], es un producto a base de fosfonato/polímero para sistemas con agua incrustante (blanda o cruda). Es una formulación líquida que contiene inhibidores de corrosión e incrustación, agentes dispersantes y humectantes que protegen las superficies

metálicas de los intercambiadores de calor, tuberías y torres de enfriamiento. Contiene en su formulación fosfonatos (HEDP & PBTC), ácido polimaleico, poliacrilatos termopolímeros y azoles, permitiendo una excelente protección con residuales muy bajos.

4.2 Biocida no oxidante:

Denominado CHEM QCL-80 [2], es un biocida líquido orgánico no oxidante a base de compuestos de amonio cuaternario formulado para ser utilizado en sistemas de enfriamiento industriales. Controla el crecimiento de bacterias y algas, sobretodo bacterias sulfato reductoras y ferrosas. Actúa dispersando los depósitos de las superficies de los equipos de los sistemas de enfriamiento, debido a su alta actividad superficial. Los parámetros de reposición del agua para las torres se muestran en la Tabla 3.

La Tabla 4 presenta los valores ideales de los parámetros que son usados en el control de calidad del agua de refrigeración, y en caso de que algún parámetro estuviese fuera de los límites especificados, también se indican las medidas correctivas.

5. Resultados

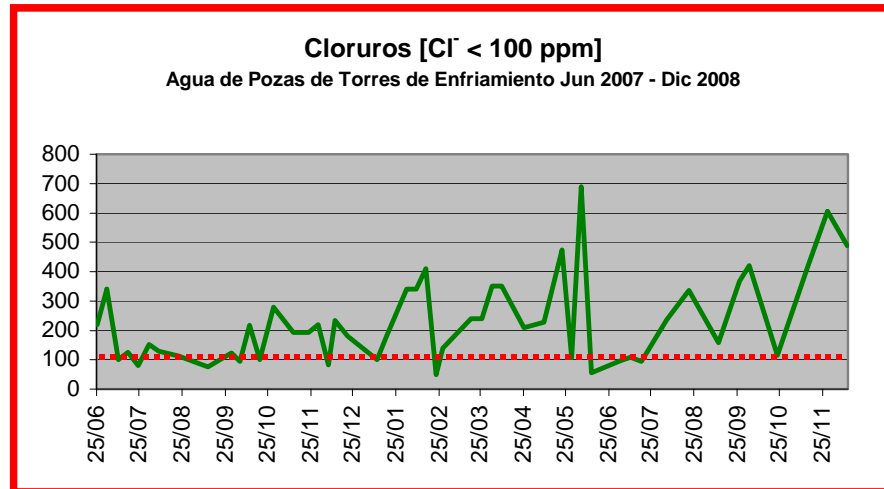
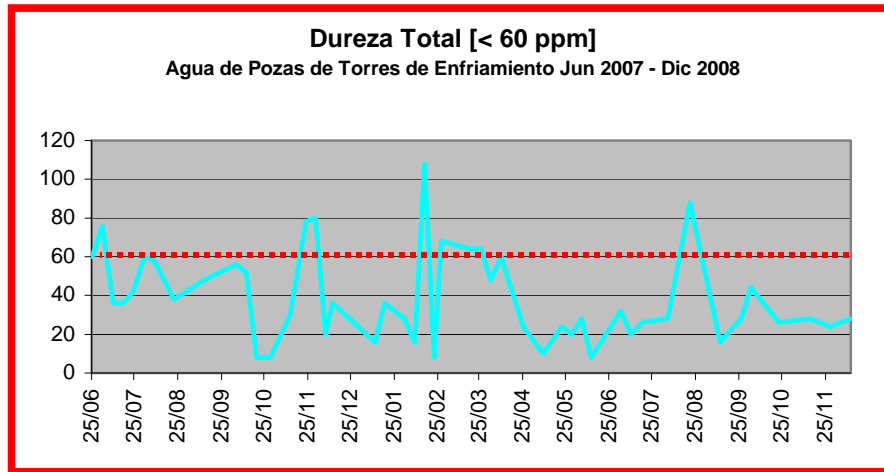
Los resultados obtenidos son representados en la Figuras 2. Resaltando que el agua de reposición en promedio se encuentra con una dureza de 25 ppm y una concentración de los iones cloruros entre 30 a 120 ppm, esto hace que dichos parámetros se incrementen más rápido de lo normal. De la misma forma los demás iones, es por esta razón, los ciclos de trabajo del sistema de refrigeración secundario se encuentran generalmente cercanos a su límite.

Tabla 3. Parámetros fisicoquímicos del agua de reposición ideal.

pH	8 u.p.h.
Dureza Total	10 ppm CaCO ₃
Alcalinidad M	120 ppm CaCO ₃
Cloruros	60 ppm CaCO ₃
Sólidos Totales Disueltos	900 ppm CaCO ₃

Tabla 4. Valores ideales de parámetros fisicoquímicos del agua de refrigeración y el modo de corrección.

Parámetro	Unidad	Valor Ideal	Modo de Corrección
Dureza Total	ppm CaCO ₃	< 60	Dispersante/Purga
Alcalinidad P	ppm CaCO ₃	< 150	Purga
Alcalinidad M	ppm CaCO ₃	< 200	Purga
Cloruros	ppm Cl ⁻	< 100	Purga
PH	u.p.h.	7.0 - 9.0	Ajuste de pH/Purga
Fosfatos	ppm PO ₄	10 - 60	Inhibidor de Corrosión
Sólidos Totales Disueltos	ppm CaCO ₃	< 2000	Purga
Ciclos de Trabajo	-	5	Purga



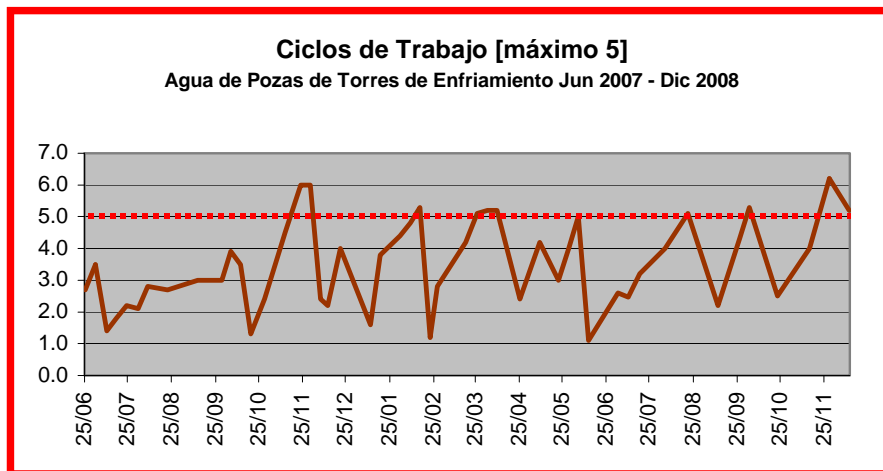
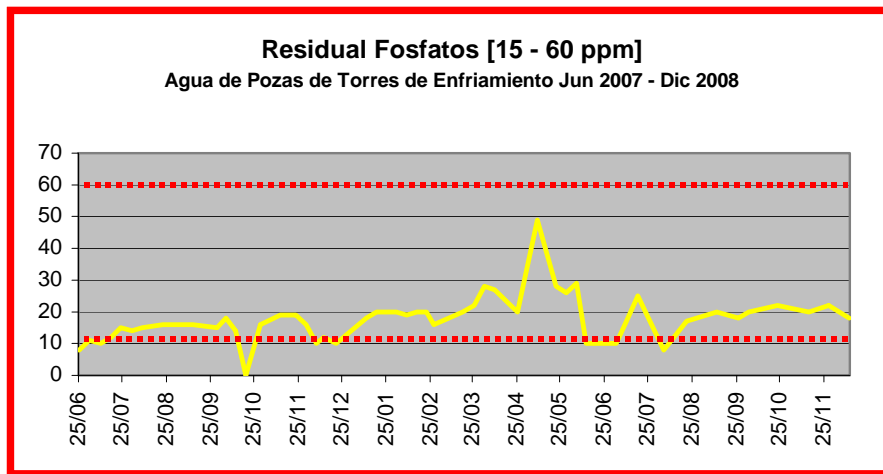
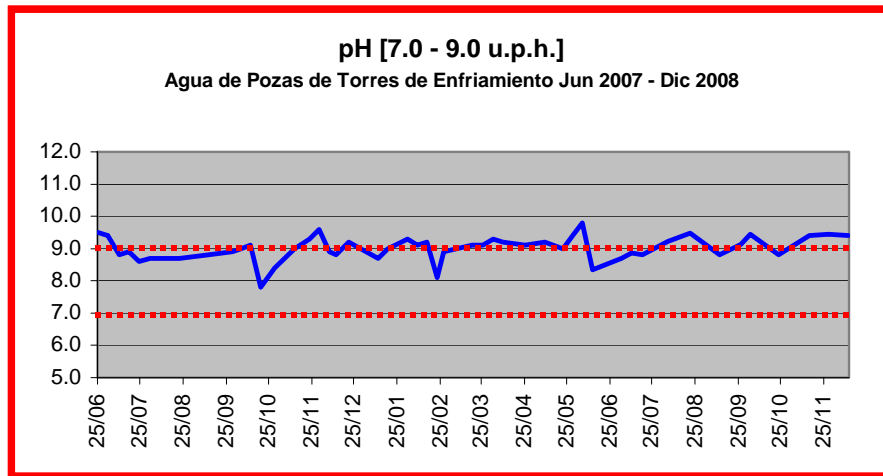


Figura 2. Diagramas de los principales parámetros fisicoquímicos realizados al agua de las pozas de las torres de enfriamiento a partir de junio del 2007 a diciembre del 2008.

6. Conclusiones

- Debido a la dosificación adecuada de un antiincrustante-anticorrosivo y un algicida, el sistema de refrigeración secundario del reactor ha permitido optimizar su operatividad en lo concerniente al mantenimiento de la calidad del agua del circuito, mediante la reducción de volumen del agua de reposición, siendo el ahorro promedio de 5 m³ de agua por operación, así como también en los intercambiadores de calor, manteniendo la caída de presión (ΔP) y el ΔT en valores constantes.
- Los valores de dureza en promedio se encuentran por debajo del valor aceptable.
- La concentración de cloruros en el agua de las piletas superan ampliamente el valor aceptable, esto debido a que la concentración de cloruros del agua de reposición se encuentra entre 40 a 120 ppm.
- En las condiciones de operación del sistema, se puede adoptar 200 ppm como límite máximo de concentración de cloruros sin alcanzar riesgo de corrosión, a pesar que en la práctica este valor es superado, esto debido principalmente al poco consumo de producto químico en la operación de limpieza de los intercambiadores, siendo éste un indicativo del grado de corrosión de los internos de las tuberías e intercambiadores.
- Los valores pH, residual de fosfatos y ciclos de trabajo se encuentran dentro de los valores deseados.
- Cada sistema, equipamiento, operación y agua, requieren productos y tratamientos específicos, a fin de obtener la protección adecuada.

7. Recomendaciones

Es importante que se tome en consideración las variables controladas que se indican en función a las características de diseño del sistema: concentración de cloruros, pH, conductividad, caudal de aporte y temperaturas de entrada y salida de los intercambiadores de calor.

8. Referencias

- [1] American Water Works Association-AWWA. Tratamiento de agua por procesos de membrana: Principios, procesos y aplicaciones. 1ra. Edición. Madrid: Mc. Graw-Hill Interamericana; 1998.
- [2] Technical Specifications, APTech Group, Inc. Boiler and Cooling Water Treatment, 6 Kovach Drive, Suite 612, Cincinnati, Ohio 45215.
- [3] Uhlig Herbert H. Corrosion and corrosion control. An introduction to corrosion science and engineering. 2nd Edition. New York: John Wiley & Sons; 1971.
- [4] Rigola Lapeña, M. Tratamiento de aguas industriales. Aguas de proceso y residuales. México: Alfaomega; 1989.
- [5] Análisis de Agua, MERCK, E. Merck, Frankfurter Strasse 250, D-6100 Darmstadt 1 (R.F. de Alemania).
- [6] Kemmer F, McCallion J, editors. The NALCO Water Handbook. New York: Mc Graw-Hill Book Co.; 1979.

Modernización del analizador automático de muestras de uranio

“RAPIDURAN”: Primera parte

Javier Gago*, Oscar Baltuano, Eduardo Montoya, Marco Munive, Patricia Bedregal, Yuri Hernández, Pablo Mendoza, Mario Mendoza, Marco Ubillús, Blanca Torres

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se presenta los principales aspectos de la modernización de un analizador automático para lotes de muestras de uranio, RAPIDURAN, un equipo construido en Finlandia en la década de los años 80. Este es un sistema complejo que posee muchos componentes neumáticos, mecánicos y electrónicos. En la actualidad, el sistema electrónico ha quedado obsoleto y presenta fallas frecuentes por lo que su operación no es confiable. Por esa razón, se hicieron trabajos de modernización de este sistema utilizando componentes electrónicos de alta tecnología. Para esta labor fue necesario realizar un proceso de reingeniería que incluyó primeramente ingeniería inversa para determinar la operación de cada componente; posteriormente, el mantenimiento mecánico integral y finalmente el diseño y montaje de un nuevo sistema para el control electrónico.

Abstract

Main aspects of the modernization of RAPIDURAN system, an automated analyzer for batches of samples of uranium built in Finland in the 80's decade are presented. This is a complex system that comprises many pneumatic, mechanic and electronic components. At present, the electronic system is outdated and presents frequent failures, being its operation not reliable. For this reason, actions to modernize this system using high technology electronic components were taken. To carry out this work and in order to understand the operation of each component, firstly it was necessary to perform a reengineering process using inverse engineering. Thereafter, an integral maintenance of the pneumatic and mechanic system was performed, followed by the design and assembly of a new system for electronic control.

1. Introducción

Se conocen diversidad de técnicas para realizar la cuantificación de uranio, cada una de ellas presentan ventajas y limitaciones. Por ejemplo, la técnica de análisis por activación neutrónica basada en la reacción $^{238}\text{U}(n,\gamma) \ ^{239}\text{U} \rightarrow \ ^{239}\text{Np}$ presenta el inconveniente de un tiempo de decaimiento de varios días. Adicionalmente, la energía de la radiación gamma, emitida por el ^{239}Np , es baja, por lo cual se interfiere con la radiación de Bremsstrahlung producida por el ^{32}P .

También hay diversas técnicas que se basan en la medición de algunos de los parámetros característicos del proceso de fisión del uranio para su cuantificación.

El núcleo compuesto de U-235 cuando se fisiona puede escindir en más de 40 formas diferentes, dando lugar a unos 80 productos de fisión primarios (fragmentos de fisión). El

intervalo de los números másicos que corresponden a estos productos van desde 72 (Zinc) a 160 (Terbio). Se define el rendimiento de fisión como el porcentaje de fisiones nucleares que originan productos de un número másico determinado.

Las masas de casi todos los productos de fisión se agrupan en dos grandes categorías: un grupo "ligero" con números másicos comprendidos entre 80 y 110, y un grupo "pesado" con números másicos comprendidos entre 125 y 155.

Los neutrones liberados en el proceso de fisión se dividen en dos categorías: instantáneos y retardados. Los primeros constituyen más del 99 % del total de neutrones de fisión y se liberan en un intervalo de tiempo de 10-14 segundos a partir de la fisión. Una vez que finaliza la

* Correspondencia autor: jgago@ipen.gob.pe

fisión no hay más neutrones instantáneos pero los fragmentos de fisión continúan emitiendo neutrones retardados durante un período de varias horas con una intensidad decreciente.

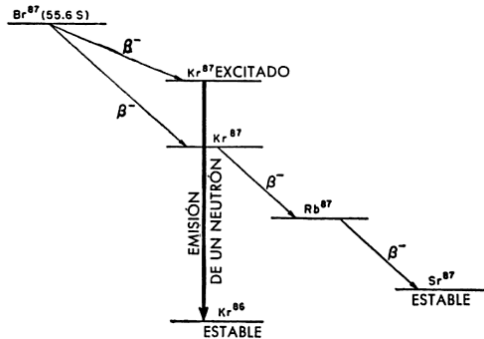


Figura 1. Mecanismo de emisión de neutrones retardados para un producto de fisión.

Del estudio experimental sobre la velocidad de emisión de los neutrones retardados se ha observado que éstos se pueden distribuir en seis grupos (Tabla 1), cada uno de los cuales se caracteriza por decaer exponencialmente con una velocidad definida. Gran parte de los productos de fisión, ricos en neutrones, experimentan desintegración beta, en la que se produce un protón a partir de un neutrón porque hay un exceso de neutrones frente a protones; sin embargo, en algunos casos el descendiente se produce en un estado excitado, con suficiente energía para que sea posible la emisión de un neutrón (Figura 1). De esta forma surgen los neutrones retardados, viniendo determinado el periodo característico de cada grupo por el periodo del progenitor o precursor del emisor neutrónico real.

Tabla 1. Fracción “q” de neutrones retardados producidos por fragmentos de fisión, según el tipo de isótopo.

Grupo	$T_{1/2}$ (s)	U 235	U 238	Th 232
1	55,6	0,021%	0,02%	0,021%
2	22,7	0,141%	0,22%	0,182%
3	6,22	0,127%	0,25%	0,129%
4	2,30	0,255%	0,61%	0,199%
5	0,61	0,074%	0,35%	0,052%
6	0,23	0,027%	0,12%	0,027%
Total		0,650%	1,57%	0,200%

La pequeña fracción (q) de neutrones que es emitida por los fragmentos de fisión se utiliza

para clasificar estos fragmentos en 6 grupos, según los periodos de semi-desintegración ($T_{1/2}$) que van desde 0,2 hasta 55,6 segundos (Tabla 1).

La energía media de estos neutrones retardados se encuentra en el orden de 0,5 MeV; a diferencia de la mayor energía de los neutrones inmediatos (2 MeV en promedio). Esta característica los hace fácilmente detectables a través de detectores gaseosos de BF3 o He3 si previamente se les hace pasar a través de un medio moderador.

La medición de los neutrones retardados puede usarse entonces para cuantificar el contenido de uranio en una muestra, con un nivel de sensibilidad muy elevado. Esta técnica sin embargo implica restricciones importantes. Por un lado, el tiempo de irradiación de las muestras debe ser sumamente corto, del orden de algunas decenas de segundos y la medición de los neutrones debe hacerse en un periodo inmediato muy corto.

Por otro lado, la baja eficiencia intrínseca los detectores gaseosos, obliga a utilizar varios detectores simultáneamente para compensar esta limitación y mejorar la sensibilidad. También es necesario el uso de materiales moderadores para reducir la energía de los neutrones hasta los niveles requeridos para obtener la máxima eficiencia de detección.

Los requerimientos anteriores hacen que la técnica de medición de uranio mediante neutrones retardados requiera el uso de equipos especialmente diseñados para esta técnica y con niveles de automatización elevados debido a los tiempos cortos de irradiación y medición involucrados.

El sistema “RAPIDURAN”[1] es un analizador automático de lotes de muestras de uranio que se basa en la medición de los neutrones retardados producidos por la fisión de uranio contenido en una muestra que ha sido irradiada previamente en el núcleo de un reactor nuclear.

Este equipo fue construido en la década de los 80’s en el Reactor Laboratory del Technical Reserch Centre of Finland (VTT). Es un sistema bastante complejo que involucra diversidad de componentes mecánicos, neumáticos, sensores ópticos y magnéticos para el intercambiador de

muestras, 6 detectores de He-3 e instrumentación nuclear asociada para la cadena de medición, y dispositivos electrónicos y electromecánicos de control, todos ellos manejados de forma centralizada por una computadora ROCKWELL R6500, en la actualidad, bastante obsoleta.

Debido a la antigüedad de la computadora central y algunos dispositivos electrónicos, la operación del equipo frecuentemente presentaba fallas que con el paso del tiempo se hicieron cada vez más difíciles de subsanar por la falta de componentes de repuesto y de información técnica detallada.

Por esta razón, teniendo en cuenta además la creciente demanda de análisis de muestras de uranio y considerando el buen estado de todos los componentes mecánicos y neumáticos; se consideró conveniente la modernización de todos los subsistemas electrónicos del mismo: el de control, la instrumentación asociada y el cambio de la computadora central por otro dispositivo de automatización más moderno.

Para ello ha sido necesario determinar la secuencia de funcionamiento de cada componente mecánico, electrónico, neumático y los sensores correspondientes para su adecuado funcionamiento.

De forma muy simplificada, el sistema toma una muestra del intercambiador automático, realiza el pesaje de la misma, luego es enviada al cabezal de irradiación en el reactor para luego retornar al banco de detectores donde se realiza la medición de los neutrones retardados. Por último, la muestra es enviada a un tacho y luego se repite todo el proceso.

2. Descripción del sistema neumático

Para el transporte de las cápsulas porta muestras, se utiliza un sistema neumático de fase diluida de presión positiva para transportar materiales desde un solo punto a uno o múltiples destinos, a distancias más largas y con mayor capacidad de la que es posible usando sistemas de vacío.

Para ello, se utiliza una compresora de desplazamiento positivo con uno o múltiples puntos de entrada al proceso. Se utiliza una compresora en lugar de una bomba de vacío, por que este sistema posee varios cilindros (pistones) neumáticos para realizar el envío y

retorno de la cápsula porta muestra. Los sistemas con bomba de vacío solo se emplean cuando no son requeridos cilindros neumáticos. Los sistemas a presión ofrecen una mayor eficiencia que los de vacío, debido a que pueden transportar los materiales a mayores distancias y pueden soplar directamente en recipientes del proceso. La única desventaja en estos sistemas de aire comprimido es la velocidad con que se transportan las muestras, esta debe ser controlada para evitar su deterioro.

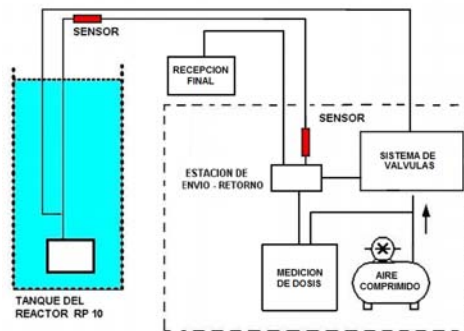


Figura 2. Esquema del transporte de muestras a la facilidad de irradiación en el reactor RP-10.

El RAPIDURAN posee un intercambiador de muestras que permite enviar 120 muestras de forma consecutiva y programada. El equipo está instalado en la Sala Experimental del reactor RP-10 y esta compuesto principalmente por una compresora, un conjunto de cilindros y válvulas neumáticas que incluye un tablero para el ordenamiento de las cápsulas, una balanza electrónica, sistemas de medición de dosis, mangueras de polietileno y el cabezal de irradiación insertado en la piscina del reactor (Figura 2).

Las muestras son colocadas en una mesa con una ranura que sirve de guía. Y cada muestra se mueve en forma controlada por un motor de 24VAC (Figura 6).

2.1 Secuencia de operación del sistema eléctrico-mecánico

En el diagrama esquemático de la figura 3, se muestran los distintos componentes mecánicos-eléctricos, la distribución que guarda entre cada una de ellas y el circuito que forma el flujo de aire para la operación de cada componente.

El proceso para una muestra sigue la siguiente secuencia:

- Se inicia habilitando el ingreso de aire comprimido al sistema a través de la línea principal la que debe marcar una presión de 4 bar y en la línea de control entre 1 y 2 bar. También se habilita la alimentación eléctrica.
- Se corre una posición la banda transportadora porta muestras del intercambiador, habilitando un motor eléctrico de 24VAC.
- Se activa el cilindro neumático CYL4 a través de la electroválvula V6, el cual mueve una compuerta que permite que la cápsula se desplace a un compartimiento acondicionado en el pistón del cilindro neumático CYL3, que en estado normal permite pesar la muestra.
- Finalizado el pesaje, se activa una electroválvula V8 para accionar el cilindro CYL3 y trasladar la cápsula al compartimiento de recepción en el pistón de CYL1.
- El cilindro CYL1 cambia de estado trasladando la estructura a la posición de envío. En esta operación se debe verificar que la electro válvula V10 esté desactivada y CYL1 se moverá (posición lado izquierdo) por acción de la electro válvula V11.
- Inmediatamente se inicia proceso de envío hacia el reactor. Se acciona la electro válvula V10, que controla el cilindro neumático CYL2, y a continuación la electro válvula V12. Esto se mantiene hasta la llegada de la cápsula al cabezal de irradiación, lo cual es detectado por un sensor de paso en boca de tanque del reactor. Se desactivan las válvulas V10 y V12 para iniciar el proceso de irradiación.
- Finalizado el proceso de irradiación se traslada CYL1 al estado de recepción (posición lado derecho) mediante la activación de la electroválvula V11.
- Se inicia el proceso de retorno de la cápsula hacia la caja de medición, para lo cual se activan primero la electroválvula V10 y luego electro válvula V2. Un sensor óptico en la caja de medición indica la finalización del retorno de la cápsula.
- La muestra permanece en la caja de medición durante el tiempo de medida.
- Finalizada la medición, se mueve CYL1 a la posición de envío al tacho; mediante la activación de la electro válvula V10 y luego la electro válvula V13. Con esto, se envía al tacho blindado para el decaimiento la

muestra. Un sensor óptico instalado cerca del tacho indica la llegada de la muestra al mismo.

- Finalmente, CYL1 retorna a la posición de recepción mediante la activación de la electro válvula V11, con lo cual todo el sistema queda listo para repetir el proceso con la siguiente muestra.

Todo el sistema esta diseñado para mover y trasladar mecánicamente las cápsulas en bloques de 120 muestras en forma secuencial y controlada. La Figura 4 muestra el diagrama de tiempos del funcionamiento de las válvulas necesarias, descritas anteriormente, para realizar las operaciones de envío/retorno de cada una de las muestras.

2.2 Sub-Sistema de control electrónico

En la Figura 4 se observa que se requieren 9 señales de control (1 para el motor de la faja transportadora y 8 para las electroválvulas). El sistema también cuenta con 3 sensores magnéticos para garantizar la posición correcta de las electroválvulas V10 y V11 antes de cada operación. Y por otro lado, además de los sensores ópticos con que el equipo contaba originalmente, se le acondicionaron algunos más para el seguimiento de la muestra durante su recorrido, haciendo un total de 6 sensores ópticos infrarrojos.

Considerando que los tiempos de respuesta necesarios, en el orden de algunos milisegundos, no implicaban requerimientos muy exigentes desde el punto de vista de la velocidad del sistema electrónico, se optó por utilizar un microcontrolador PIC16F877 [2] de la familia Microchip.

Este dispositivo operando con un cristal de 4 MHz, es capaz de realizar 1 MIPS (millón de instrucciones por segundo), lo cual satisface perfectamente los requerimientos de tiempo de respuesta.

Es necesario mencionar que este dispositivo se ha dedicado exclusivamente al control del sistema neumático, por lo cual se prevé utilizar un dispositivo más rápido y potente, para realizar las tareas de recolección de datos de la muestra, el manejo de las cadenas de instrumentación nuclear (amplificadores y SCA's) y las tareas de comunicación con la red CAN [3]. La forma como ambos microcontroladores se comuniquen, aún no

ha sido establecida y no es relevante en este momento.

El PIC16F877 [2] dispone en total de 33 líneas de E/S. De esta cantidad, 9 se utilizan

para producir la secuencia mostrada en la Figura 4, 3 líneas son usadas leer los sensores magnéticos y 6 de ellas para el monitoreo de los sensores ópticos infrarrojos.

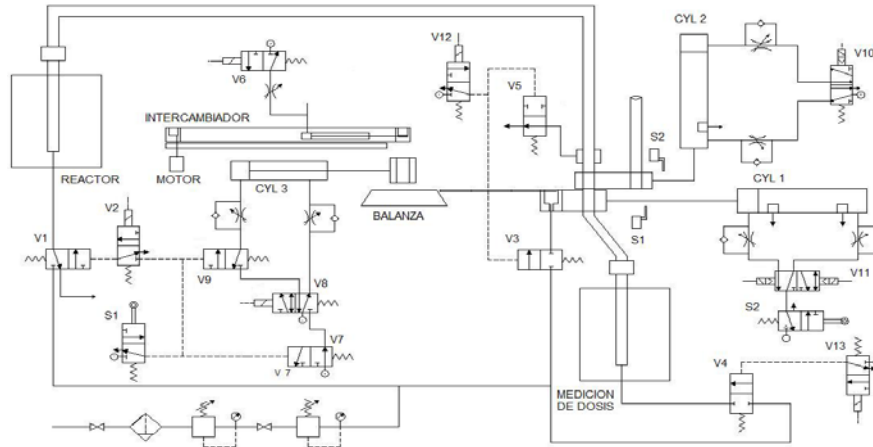


Figura 3. Esquema del circuito electromecánico del Sistema Neumático del RAPIDURAN.

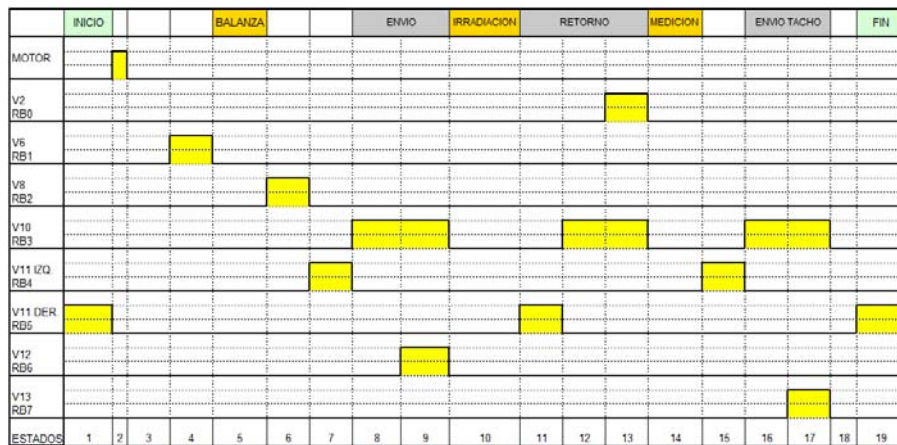


Figura 4. Diagrama de tiempos para la operación del sub-sistema neumático.

Además, se ha considerado el uso de un módulo LCD para mostrar mensajes de operación de utilidad para el usuario. Este módulo operando en modo de 4 bits, requiere 7 líneas adicionales y utiliza retardos de software para la temporización. Para las pruebas previas se ha considerado el uso de 2 líneas adicionales para iniciar y detener la secuencia de operación mediante pulsadores. Finalmente, y aunque en este momento no es relevante, puesto que la unidad opera en modo stand-alone, se le ha dotado al controlador la posibilidad de ser operado en forma remota a través de la interfase RS-232 que posee y que requiere el uso de 2 líneas de E/S. En el futuro, esta conexión podrá ser utilizada para comunicarse con el controlador

maestro que accederá a la red CAN. Puede notarse entonces, que se requieren en total 29 líneas quedando aún 4 líneas libres para cualquier otra función.

El firmware o programa para el microcontrolador ha sido escrito en lenguaje C, utilizando el compilador Hi-Tech PICC STD [4] e integrado dentro del entorno de desarrollo MPLAB IDE de Microchip.

Se han utilizado las librerías LCD, USART, DELAY y EEPROM que proporciona el propio compilador de Hi-Tech, las cuales han sido configuradas para cumplir con los requerimientos de la aplicación.

El funcionamiento está basado en una máquina secuencial que posee 19 estados

(Figura 4) en la cual cada estado configura las líneas de salida para el control del motor y las válvulas. Previamente a cada estado, el controlador está programado para verificar los estados correctos de los sensores ópticos y magnéticos correspondientes.

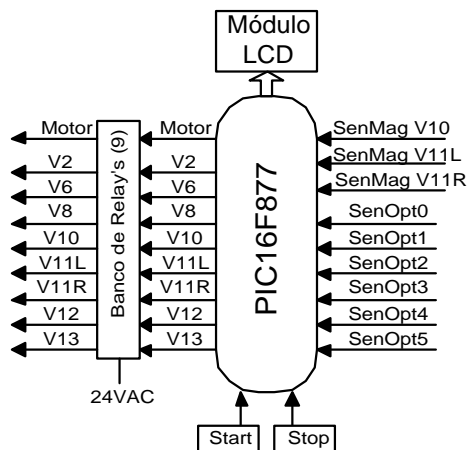


Figura 5. Diagrama simplificado de la utilización de las líneas de E/S del microcontrolador.

Debido a que todas las electroválvulas y el relay de alta corriente que controla el motor operan con 24VAC, se ha recurrido a un banco de 9 relays de baja corriente para manejar estas cargas con las señales TTL del microcontrolador (Figura 5).

3. Operación, Resultados y Discusión

Se puso en operación el sistema, al que previamente se le realizó el mantenimiento de todos sus componentes. Se reemplazaron los sensores ópticos para estandarizarlos a un modelo de fácil adquisición en el mercado local. El sistema de control electrónico fue montado sobre un protoboard (Figura 6) y se utilizó una tarjeta de relays PCLD-785 marca PC-LabCard [5].

Se realizaron 20 pruebas iniciales de toda la secuencia, observándose que frecuentemente se producía el reseteo del microcontrolador al desactivar el motor del intercambiador de muestras. Se procedió entonces a instalar una red Snubber [6] al relay correspondiente para eliminar este fallo. Luego se realizaron 100 pruebas de envío/retorno de muestras, las cuales fueron en su totalidad satisfactorias.

La duración de cada uno de los estados (Figura 4) ha sido pre-programado en el microcontrolador, pero se tiene previsto que

los tiempos de pesaje, irradiación y medición (estados 5, 10 y 14) sean programables a través del controlador maestro conectado a la red CAN.

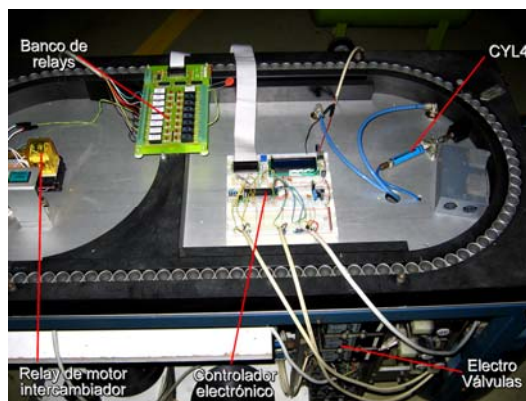


Figura 6. Vista superior del intercambiador de muestras. Se observa el mecanismo para el transporte de los cilindros de aluminio que alojan las cápsulas porta muestras además del protoboard con el controlador y la tarjeta con el banco de relays.

4. Conclusiones

Poner en funcionamiento nuevamente el sistema mecánico del RAPIDURAN con un control electrónico más moderno, confiable, configurable y económico, es el primer paso para lograr su puesta en operación. La interconexión de este sistema con otros para realizar el control nucleónico y la conexión a la red CAN es el siguiente paso para la modernización completa de este instrumento; lo que representará un paso significativo de innovación tecnológica para mejorar las capacidades analíticas disponibles.

5. Bibliografía

- [1] VTT Tech. RAPIDURAN. An automatic uranium analyzer. Operation Manual. Finland. 1984.
- [2] MICROCHIP. PIC16F87X Data Sheet.
- [3] Baltuano O, Montoya E. Propuesta técnica para la implementación de una red integrada de control y comunicación de instrumentos analíticos (RICCIA). [Informe interno], 2008.
- [4] Hi-Tech Software. PICC STD Compiler Manual, 2008.
- [5] PC-LabCard Series. PCLD-785. 16 Channel Relay Output Board Data Sheet
- [6] Philip C. Todd, Snubber Circuits: Theory, Design and Application. Seminar Manual SEM-900. 1993.

Calificación de áreas limpias en ambientes destinados a la producción de agentes para radiodiagnósticos (ARD) según norma internacional

Roberto Koga*, Carlos Novoa, Max Medina

Dirección de Producción, Planta de Producción de Radioisótopos,
Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo la calificación de las diferentes áreas limpias o cuartos limpios de la Planta de Producción de Radioisótopos, después de las remodelaciones realizadas, en enero del 2008, con la finalidad de cumplir con los requerimientos ambientales que exige la norma U.S. Federal Standard 209E, para la producción de productos estériles y desarrollo de fármacos, de acuerdo con las normas de limpieza apropiadas, en las cuales se debe suministrar aire a estas áreas solo si han pasado por filtros de comprobada eficiencia (HEPA), asegurando de esta manera la inocuidad de los productos elaborados en nuestros laboratorios.

Abstract

The purpose in this work is the qualification of the various clean rooms after remodeling performed in the Production Plant of Radioisotopes in January 2008. Remodeling was done in order to fulfill requirements of U.S. Federal Standard 209E related to environments for production of sterile products and development of new drugs. According to appropriate cleaning standards, in which the air must be provided when this air passes by High Efficiency Particulate Air Filters (HEPA), ensuring the sterility of the drugs in our laboratories.

1. Introducción

En 1945 la necesidad de hacer pruebas en las máscaras de gas contra partículas y materiales biológicos, propició el desarrollo de contadores de partículas dispersas en el ambiente. El Paso final se realizó en los laboratorios SANDIA, desarrollando filtros HEPA[1], para la comisión de energía atómica después de la segunda guerra mundial. Los filtros tienen la característica de atrapar las partículas suspendidas en el aire con una eficiencia del 99,99 %. Las partículas suspendidas en los lugares de alto riesgo fueron mortales para el personal, por esa razón se utilizaron los filtros, siendo los inicios del diseño de los cuartos o áreas limpias.

Las áreas limpias, cuartos limpios o clean room; son lugares confinados siendo áreas especialmente construidas donde se controlan al máximo los parámetros ambientales como la temperatura, concentración de partículas no viables y viables (microorganismos) en el aire, flujo, movimiento, circulación y renovación del aire con la finalidad de

proteger de contaminantes al producto a elaborar [2].

La producción de medicamentos de alta calidad y con garantía total de seguridad ha evolucionado a tal punto que es posible garantizar la inocuidad de los productos, es por ello que las industrias farmacéuticas utiliza dos normas internacionales para la calificación de las áreas limpias, la European Union Guide to Good Manufacturing Practice y la Federal Drug Association [3]. En nuestro país estamos regidos por el Manual de Buenas Prácticas de Manufactura de Productos Farmacéuticos que se utiliza para la calificación de los cuartos limpios, la norma Fed. U.S. 209E clasificando las áreas limpias en 4 grados (A, B, C y D). Esta clasificación va depender de las diferentes actividades que se realicen en estas áreas (Tabla 1) [4].

* Correspondencia autor: rkoga@ipen.gob.pe

En enero del 2008, en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) se inició los trabajos de remodelación de las áreas limpias destinadas para la producción de los Agentes para Radiodiagnósticos (ARD), recogiendo las observaciones realizadas por la Dirección General de Medicamentos y Drogas (DIGEMID). Estos trabajos culminaron a mediados de mayo 2008. Posteriormente, se realizó la limpieza y sanitización (desinfección) de las áreas limpias y se realizaron los respectivos controles ambientales para poder dar el grado de calificación de las diferentes áreas de producción de los ARD.

2. Materiales y Métodos

2.1. Monitoreo de partículas no viables en el aire

Para este proceso se utilizó un equipo portátil contador de partículas APC Plus serie B1000 marca Biotest (Figura 1), que tiene la capacidad de detectar partículas de 0,3, 0,5, 1,0 y 5,0 μm por m^3 . Se programó el equipo para tomar muestras de aire por 60 segundos, obteniendo un promedio para la cantidad de partículas suspendidas en el aire. Este paso se repitió hasta obtener como mínimo 70 datos. Con estos datos, el equipo contador de partículas es llevado a una PC que tenga el programa APC Win y se descarga los datos obtenidos por litro; luego, los datos son llevados a EXCEL y se realiza la conversión de litros a m^3 y son los resultados que se reportan

2.2. Monitoreo de partículas viables (microorganismos) en el aire

Para determinar la calidad microbiológica del aire por m^3 se utilizó el equipo analizador microbiológico de aire Modelo M Air T de la marca MILLIPORE. Este equipo trabaja con unas placas petri con aletas de plástico (cassattes), que contiene agar TSA. Se programa el equipo al volumen que se requiere trabajar. Al tomar la muestra de aire se produce un impacto de los microorganismos que están suspendidas en el aire, en la(s) placa(s) que contiene un medio de cultivo. Una vez terminado la toma de muestras, estas placas son llevadas a incubación a $32,5^\circ\text{C} \pm 2,5$ por 48 horas para microorganismos aerobios y a $22,5^\circ\text{C} \pm 2,5$ para mohos y levaduras (foto n°2).

2.3 Cálculo de cambios de aires por hora en las áreas limpias

Para determinar el número de cambios de aires en las limpias, se utiliza el equipo thermoanemómetro Marca TSI Velocicheck modelo 8330-M-ES. Para conocer los cambios de aire por hora primero se debe calcular el flujo de ventilación (Q):

$$Q = \text{Área del filtro} \times \text{Promedio velocidad (m/s)} \times 3600 \text{ s/h}$$

Luego el cálculo de las renovaciones se aplica la siguiente fórmula:

$$\text{Renov./ Hora} = Q / \text{**Volumen Total.}$$

** Cálculo del volumen total depende de las dimensiones del área limpia

2.4. Medición de la velocidad de flujo en las campanas flujo laminar

Para este ensayo de velocidad de flujo se utiliza un equipo termo anemómetro Marca TSI VELOCICHECK modelo 8330-M-ES. Se realiza lectura directa colocando el sensor del equipo a la salida del aire, luego se traza un cuadrante imaginario y se realiza las lecturas por triplicado para obtener el promedio de la velocidad de flujo de la campa flujo laminar.

3. Resultados

3.1. Control ambiental del área limpia destinado para el fraccionamiento de séptico de productos

Dentro de la campana flujo laminar marca EACI, zona de alto riesgo, destinada para el llenado de soluciones estériles no se encontró partículas suspendidas ni microorganismos en el aire dentro de la campana. Además, se cumple con los requerimientos mínimos de velocidad de flujo de aire de 0,45m/s y todas las especificaciones técnicas para un área limpia de **grado A**, según norma Fed. U.S. 209E. En el laboratorio situado al entorno de la cabina flujo laminar se ha obtenido los siguientes resultados de los controles ambientales: partículas no viables de tamaño de 0,5 μm se encontraron 523 partículas/ m^3 y no se encontraron partículas no viables >5,0 μm . Asimismo, en este laboratorio no se encontró ninguna partícula viable (microorganismo) por m^3 y se calculó 116,23

renovaciones por hora, si bien este ambiente cumple con los requisitos para un grado A, por las actividades de trabajo que se realiza en ella se la clasifica como **grado B**.

3.2. Control ambiental del área limpia destinado para la preparación de las soluciones para la elaboración de los Agentes para Radiodiagnóstico (ARD's)

De los controles ambientales realizados con respecto a la cantidad de partículas viables de $0,5\mu\text{m}$ por m^3 , se obtuvo un promedio de 248,2 partículas estando muy por debajo de la norma donde el límite es 350 000 partículas por m^3 . Con respecto a las partículas mayores $5,0\mu\text{m}$ no se encontró ninguna, además se encontró 2 ufc/ m^3 estando por debajo del límite permisible (5ufc/ m^3). Las renovaciones del aire en el laboratorio fueron de 37,92 renovaciones de aire por hora, estando por encima del límite mínimo requerido (20 renovaciones por hora), cumpliendo con las

especificaciones requeridas para un área limpia de **clase C**.

3.3. Control ambiental del área limpia destinado en la preparación materiales estériles para la producción de ARD's

Dentro de este laboratorio se encontró un promedio de 62 ufc/ m^3 siendo el límite máximo para esta área limpia de 500 ufc/ m^3 , con relación a las partículas suspendidas se encontró un promedio de 178 partículas por m^3 para partículas de $0,5\mu\text{m}/\text{m}^3$ y 5 partículas por m^3 para partículas de $5,0\mu\text{m}/\text{m}^3$ estando muy por debajo de los límites requeridos por la norma que es de 3 500 000 y 20 000 partículas de $0,5$ y $5,0\mu\text{m}/\text{m}^3$ respectivamente. En cuanto a las renovaciones de aire, se tiene un promedio de 22,2 renovaciones por hora y el mínimo requerido es de 20,0 renovaciones por hora. Por lo que esta área limpia cumple con las especificaciones requeridas para un área limpia de **clase D**.

Tabla 1. Clasificación de las áreas limpias según Fed. U.S. 209E, MBPPF DIGEMID 1999 y tipo de trabajo que se realiza por área limpia.

Grado	No. máximo de partículas permitidas por m^3		No. máximo de microorganismos permitidas por m^3	Clasificación según Patrón Fed. U.S 209E	Tipo de trabajo
	0,5-5,0 μm	> 5,0 μm			
A	3 500	ninguna	< 1	Clase 100	Zona de alto riesgo, campanas flujo laminar
B	3 500	ninguna	5	Clase 100	Zona adyacente a la zona A
C	350 000	2 000	100	Clase 10 000	Preparación de soluciones a ser esterilizada posteriormente
D	3 500 000	20 000	500	Clase 100 000	Preparación de materiales, esterilización y lavado

4. Conclusiones

Al término de esta calificación de las áreas limpias o cuartos limpios, se concluye que estas áreas son adecuadas, según el tipo de calidad de aire, el sistema de limpieza y sanitización para la producción y manufactura de medicinas inyectables producidas de manera aséptica como es el caso de los Agentes para Radiodiagnóstico

(ARD) y el desarrollo de nuevos productos en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR), estando acorde con lo requerido por la US FEDERAL STANDARD 2009E, norma que también es mencionada en el Manual de Buenas Prácticas de Manufactura de Productos Farmacéuticos de la Dirección General de Medicamentos y Drogas (DIGEMID) del Ministerio de Salud.



Figura 1. Contador de partículas marca BIOTEST APC Plus.



Figura 2. Contador de microbiológico de aire M Air T marca MILLIPORE.

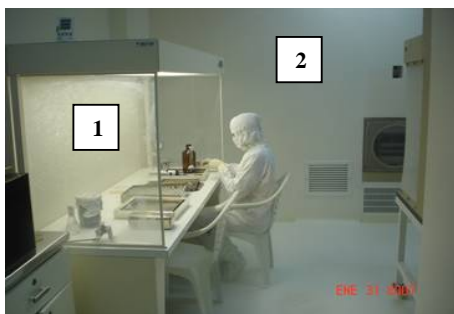


Figura 3. Laboratorio de Fraccionamiento de ARD: 1) Cabina flujo laminar área clase A, 2) Entorno de la cabina área de clase B.

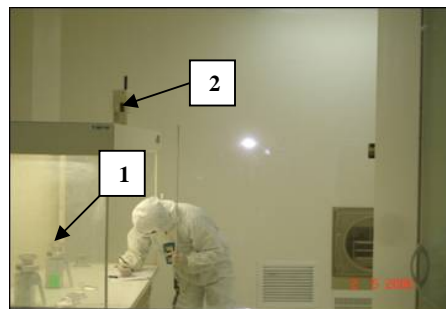


Figura 4. Realizando la calificación del laboratorio de fraccionamiento 1) Muestreo con el analizador microbiológico de aire dentro de la campana flujolaminar. 2) Equipo contador de partículas tomando muestra de aire.

5. Bibliografía

[1] Castaño J, Orozco C. Metodología para diseño de cuartos limpios. Scientia et Technical año XIV, No. 38, Junio 2008. Universidad Tecnológica de Pereira. ISSN 0 122-1701.

[2] International Atomic Energy Agency. Technetium-99m Radiopharmaceutical: Manufacture of Kits. Technical Report Series No. 466. Vienna: Austria; 2008.

[3] Marineranella A. Clean room Guidelines. [serie en Internet]. Texas, México. Disponible en URL:

<http://www.bathgroup.com/files/news8.pdf>

[4] OIEA. Producción y control de radio fármacos. Manual de Buenas Prácticas Radio farmacéuticas. ARCAL XV. Julio 1998.

[5] MINSA. Dirección General de Medicamentos y Drogas (DIGEMID). Manual de Buenas Prácticas de Manufactura de Productos Farmacéuticos. Febrero 1999. <http://www.digemid.minsa.gob.pe/normatividad/dispoindex.htm>.

Diseño y construcción de áreas limpias para la producción de agentes para radiodiagnóstico

Guilmer Agurto*, Ingrid Petzoldt, Max Medina, Eleazar Aliaga, Roberto Koga

Dirección de Producción, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

La producción de Agentes para Radiodiagnóstico (ARD) es considerada como una fabricación de productos estériles de grado farmacéutico, de acuerdo con las Buenas Prácticas de Manufactura (BPM). Por ello, en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPRR) se ha diseñado y construido áreas limpias que cumplen con los requisitos exigidos en el Manual de BMP de la Dirección General de Medicamentos, Insumos y Drogas (DIGEMID) del Ministerio de Salud, entidad reguladora nacional.

Abstract

The production of Radiodiagnostic Agents (ARD) is considered as a manufacture of sterile pharmaceutical grade products, according to the GMP. Therefore, the production areas must meet specific requirements to minimize the risk of particulate matter, microbiological contamination and pyrogens. Taking this into account, in Radioisotope Production Plant (PPRR) clean areas have been designed and built according to the Manual of Good Manufacturing Practices (GMP) of the General Direction of Medicines, Supplies and Drugs (DIGEMID), regulatory entity of the Ministry of Health.

1. Introducción

Las áreas donde se elaboran los ARD deben garantizar la inocuidad de estos productos que se aplican a seres humanos, en su elaboración deben cumplirse requisitos especiales para minimizar el riesgo de contaminación por partículas microbianas y de pirógenos [1]. Estas áreas limpias son diseñadas, construidas y utilizadas de tal manera que permitan reducir la introducción, generación y retención de contaminantes dentro de ella [2].

Para su calificación, en su diseño y construcción se deben considerar las recomendaciones señaladas por normas internacionales como la European Union Guide to Good Manufacturing Practice (EUGGMP) y la Federal Drug Association (FDA). En nuestro país estas normas están reglamentadas por la DIGEMID a través del Manual de Buenas Prácticas de Manufactura de Productos Farmacéuticos (BPM), donde se indica que para la calificación de las áreas limpias se deben cumplir con la norma U.S. FED-STD-209E [3].

Estas exigencias fueron cuidadosamente analizadas y estudiadas recomendándose que la infraestructura de los laboratorios del área

de ARD de la PPRR no cumplía con las BPM y tenían que ser remodeladas.

En el presente trabajo se describen las especificaciones del diseño, la construcción y puesta en marcha de las áreas limpias de producción para los ARD.

2. Descripción del problema

Inicialmente, el área de ARD contaba con los laboratorios Nos. 45, 46 y 47 contiguos y en otra sección el laboratorio 33 (Figura 4). En éste último se realizaba el proceso de acondicionamiento de los materiales de envasado primario (viales y tapones). Por su ubicación y características ambientales este laboratorio representaba un punto crítico fuera de control en el proceso de fabricación, porque influía negativamente en la calidad del producto por propiciar la presencia de partículas extrañas y contaminación microbiana en el producto final.

Con relación a los laboratorios 45, 46 y 47 tenían algunas inconformidades como: piso de vinilo; techos inapropiados; puertas de madera; paredes, techo y piso sin recubrimiento epóxico; ductos y tuberías expuestas; luminarias colgantes; falta de

* Correspondencia autor: gagurto@ipen.gob.pe

ángulos sanitarios; zócalos y marcos de madera; flujo inadecuado de personas y de materiales; laboratorios sin sistema de inyección de aire filtrado (excepto el Lab. 47); renovaciones de aire inferior a lo especificado y falta de esclusas para personas.

3. Diseño y construcción

La construcción de las áreas limpias se realizó sobre la infraestructura existente, por esa razón, en las especificaciones técnicas el diseño contempló la remodelación de los nuevos ambientes para áreas limpias.



Figura 1. Laboratorio de producción antes de la remodelación

3.1 Sistema de inyección de aire limpio

Construcción de un sistema de inyección de aire limpio en cada laboratorio. El aire es pre-filtrado en el siguiente orden: filtro de malla (FM), pre-filtro (PF), filtro de bolsa (FB), con una fase final de filtración por medio de un filtro absoluto (FA) terminal - HEPA instalado al ras del techo (Figura 2), que garantiza la retención de las partículas superiores a 0,3 micras en un porcentaje superior al 99.99 %. El volumen de aire en cada laboratorio es renovado [4] varias veces por hora (mínimo 20 renov/hora). La distribución del aire es impulsada desde el techo con retorno de aire lo más próximo posible al nivel del piso. También se mantiene una gradiente de presión diferencial (mínima de 0,05 pulgadas de agua) entre los laboratorios a través de compuertas en el sistema de inyección de aire. La gradiente va desde el área más crítica hacia la menos crítica. Los sistemas de ventilación en cada laboratorio son independientes con sus respectivos equipos de aire acondicionado, ventiladores, caja de filtros, sistema de monitoreo de la caída de presión de todos los filtros y tablero de control. Las descargas del

aire filtrado se dan en cada área y en cada esclusa (Figura 7).

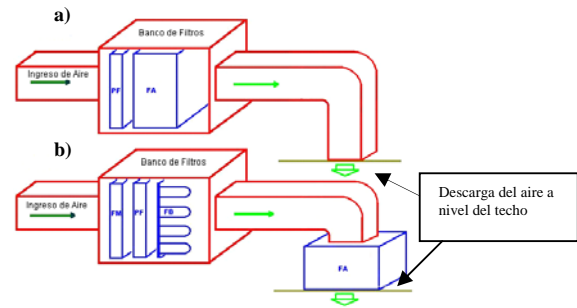


Figura 2. Banco de Filtros de Lab. 47
a) Antes y b) Después de la remodelación.



Figura 3. Áreas Limpias: a) Lab. 46; b) Lab. 47; c) Lab 48.

3.2 Obras civiles

Retiro del piso de vinilo de todos los laboratorios, remoción de paredes para instalación de puertas, esclusas, ductos, equipos de aire acondicionado, ventiladores, etc. Cambio de todas las puertas de madera por puertas de aluminio con vidrio liso. Construcción de: falso cielo raso con material de superficie lisa, zócalo sanitario, esclusas para personas con sistema de inyección de aire filtrado y sistema eléctrico de

interbloqueado, esclusas para materiales en acero inoxidable. Instalación de luminarias al ras del techo. Retiro de pintura epóxica color amarillo y resane de paredes. Desplazamiento de todas las ventanas hacia el interior a plomo con la pared interna. Instalaciones sanitarias y eléctricas completas, empotramiento de cables. Pintado de techo, paredes y piso con pintura epóxica resistente a los agentes de limpieza y sanitización.

3.3 Reemplazo del Laboratorio 33

Incorporar a la línea de producción el laboratorio 48 para el acondicionamiento de envases primarios, eliminando así el punto crítico del laboratorio 33 (Figura 5).

4. Puesta en Marcha

Finalizadas las obras, se realizó un check list con respecto a las especificaciones técnicas, verificación en campo de toda la obra. Posteriormente, se realizó una limpieza general de todos los laboratorios, ingreso de equipos. Puesta en marcha del sistema de ventilación, mediciones, balanceo, mediciones finales. Se realizó la limpieza y sanitización de las áreas limpias, control microbiológico, de partículas, flujo de aire, renovaciones por hora, según procedimiento normado del sistema de la calidad de la PPRR.

5. Resultados

Las áreas limpias para la producción de ARD construidas (Figura 3) cumplen con las especificaciones de las BPM y califican como áreas limpias para la producción de productos inyectables en humanos (Tabla 1).

Tabla 1. Resultados del control del aire de las áreas limpias.

Grado	Máximo N° de partículas por m ³		Máximo N° de microorganismos viables permitidos por m ³	Clasificación según patrón FED. U.S. 209E
	0,5 – 5,0 µm	>5µm		
A	3 500	Ninguna	Menos de 1	Clase 100
Cabina de Flujo Laminar	0	0	0	Conforme
B	3 500	Ninguna	5	Clase 100
Lab. 47	523	0	0	Conforme
C	350 000	2 000	100	Clase 10 000
Lab. 46	248,2	0	2	Conforme
D	3 500 000	20 000	500	Clase 100 000
Lab. 48	178	5	62	Conforme

Resultados

Especificaciones

Tabla 2. Resultados comparativos del aire antes y después del remodelación de las áreas limpias.

Área limpia: Grado	B Laboratorio 47		C Laboratorio 46		D Laboratorio 48	
	Antes*	Después**	Antes*	Después**	Lab. 33	Lab. 48
1. Partículas no viables del aire: 0,5 – 5,0 µm/m ³	39424	523	141427	248	529889	178
2. Partículas no viables del aire: >5µm/m ³	1	0	30	0	276	5
3. Partículas viables del aire ucf/m ³	3	0	56	2	Incontable	62
4. Renovaciones del aire por hora (renov/h)	20-23	116	10-12	37	10-12	22

* = 23/05/2002 ** = Abril/2008

6. Conclusiones

La construcción de estas áreas mejoró notablemente la infraestructura de los laboratorios, la calidad del aire de inyección (Tabla 2); el flujo de personas, materiales; la distribución de las actividades; la facilidad en la limpieza y sanitización. Garantizando de esta manera las condiciones ambientales en la producción de productos inyectables, minimizando los riesgos de contaminación por partículas viables y no viables.

Las áreas diseñadas y construidas, son adecuadas para la producción y manufactura de productos inyectables - ARD y para el desarrollo de nuevos productos en PPRR, de acuerdo con lo requerido por el Manual de Buenas Practicas de Manufactura de Productos Farmacéuticos de la DIGEMID.

7. Bibliografía

- [1] International Atomic Energy Agency. Technetium-99m radiopharmaceutical: manufacture of Kits. Technical Report Series N° 466. Vienna: Austria; 2008.
- [2] World Health Organization. Technical Report N° 40. Génova 2006, p 61, 64-95.
- [3] Ministerio de Salud. Dirección General de Medicamentos y Drogas (DIGEMID). Manual de Buenas Practicas de Manufactura de Productos Farmacéuticos. Febrero 1999.
- [4] Agencia Española de Medicamentos y Productos Sanitarios. Real Farmacopea Española. Control de las Áreas de Preparación de radiofármacos de las Unidades de Radiofarmacia. Guías de Procedimientos Radiofarmacéuticas N° 8. [serie en Internet]. 2003. Disponible en URL: www.agemed.es/profHumana/farmacopea/do/cs/guia_8.pdf

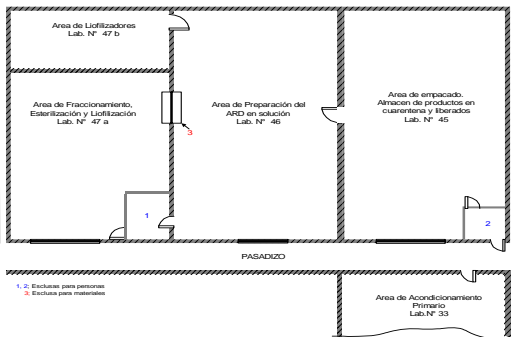


Figura 4. Laboratorios de producción de ARD antes de la construcción de las áreas limpias.

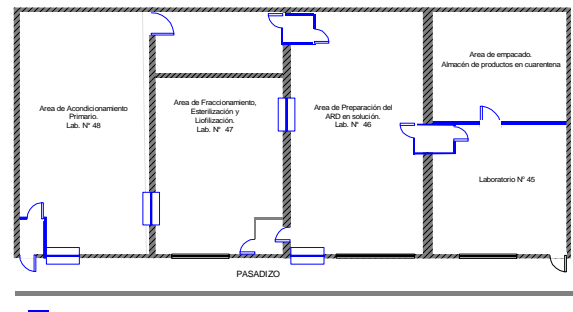


Figura 5. Laboratorios de producción de ARD después de la construcción de las áreas limpias.

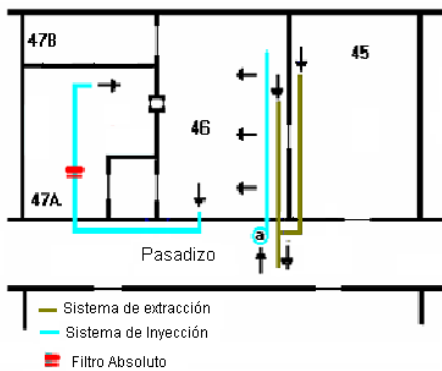


Figura 6. Sistema de ventilación antes de la construcción de las áreas limpias.

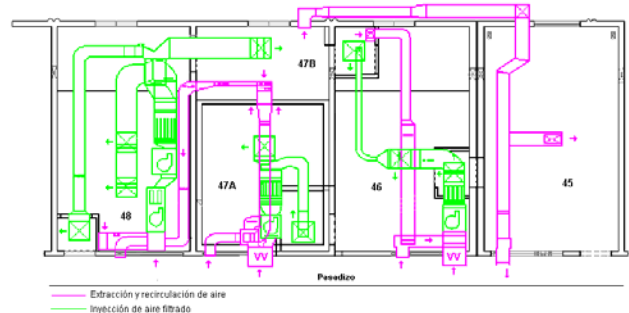


Figura 7. Sistema de ventilación después de la construcción de las áreas limpias.

Desarrollo de un sistema semiautomatizado para la extracción de la fase orgánica en la producción de solución de $\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$

Ramos Martinez*, Jesús Miranda, Luis Cavero, Luis Huatay, Max Medina

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Planta de Producción de Radioisótopos,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El Pertecnetato de Sodio producido en la Planta de Producción de Radioisótopos, se obtiene mediante el proceso de extracción por solventes utilizando metiletilcetona. La fase orgánica que contiene el ión pertecnetato, se separa de la fase acuosa con ayuda de un pescante. Esta manipulación es una etapa crítica del proceso para obtener un mejor rendimiento de extracción. El sistema actual de posicionamiento de extracción es manual y tiene un tope que limita la posición del pescante incrementando la probabilidad de arrastrar ^{99}Mo presente en la fase acuosa, a la columna cromatográfica contaminando el proceso. Para mejorar el rendimiento del proceso se ha diseñado e implementado un sistema semiautomatizado para la extracción de la fase orgánica, disminuyendo la probabilidad de arrastrar ^{99}Mo a la columna cromatográfica al obtener una mayor altura de la fase y eliminando el tope al pescante. Se describen las acciones que se llevaron a cabo para la implementación y equipamiento del sistema y las pruebas realizadas.

Abstract

The Sodium Pertechnetate, produced in the Plant of Radioisotopes Production is obtained by a solvent extraction method using Methyleneethylketone. The organic phase that contains the pertechnetate ion is separated from the aqueous phase with a ceiling. This manipulation is a critical stage to obtain a better performance of the organic phase extraction. The current system is manual and has restrictions for the position of the jib, increasing the probability of dragging ^{99}Mo from the aqueous phase to the chromatographic column. In order to improve the performance of this process, we have designed and implemented a semi-automated system for the extraction of the organic phase. In this new system we obtained a higher level of the organic phase which eliminates the restriction of jib position and, as a consequence, the probability of dragging ^{99}Mo to the chromatographic column is decreased considerably. In this work we describe the experimental details of the implementation of this system and the results of the preliminary test.

1. Introducción

En la producción del Pertecnetato de Sodio ($\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$), obtenida mediante extracción por solventes, la etapa de separación determina: la actividad, la posibilidad de contaminación del producto, la cantidad de extracciones a realizar, la cantidad de solvente utilizado, la exposición ocupacional del operador y el tiempo del proceso.

La fase orgánica (FO) es la separación que se obtiene luego de la agitación energética de la Solución Madre de ^{99}Mo (Molibdato de sodio) con 50 mL de MEC (Metiletilcetona); en el sistema actual esta fase tiene una altura aproximada de 6 mm y un diámetro de 7,8 cm y se ubica en la parte superior del Recipiente de la Solución Madre (RSM). Extraer mayor volumen incrementa la probabilidad de

arrastrar ^{99}Mo a la columna cromatográfica, contaminando y dañando el proceso. El sistema de extracción (pescante) es del tipo oblicuo con tope, su accionamiento es manual y no permite un control adecuado, por lo cual de los 6 mm por seguridad se deja de extraer aproximadamente 2 mm.

Para realizar la extracción el operador manipula el mecanismo y visualiza la extracción a través de un visor plomado en forma directa.

Se ha desarrollado un sistema que permitirá mayor rendimiento, disminución de costos y exposición operacional del operador eliminando la posibilidad de contaminar el producto.

* Correspondencia autor: rmartinez@ipen.gob.pe

Asimismo, se ha desarrollado un sistema vertical de precisión con velocidad variable controlado electrónicamente que permite al operador controlar el posicionamiento del pescante, se modificó el diámetro del recipiente de la solución Madre R.S.M. en la zona de la (F.O.) y se instaló una cámara de video para visualizar el proceso en un monitor.

2. Desarrollo experimental

El trabajo se realizó siguiendo los siguientes pasos:

- Diseño de prototipo (Figura 1)
- Fabricación de los componentes
- Pruebas de operación
- Puesta en servicio

A continuación se detalla los componentes principales del sistema desarrollado:



Figura 1. Diseño del prototipo.

2.1 Modificación del diámetro del RSM

Se ha diseñado y fabricado un recipiente de la solución Madre (RSM) de menor diámetro en la zona de la separación de la F.O. (4,8 cm) obteniendo una altura de 15 mm.

2.2 Fabricación

El mecanismo de precisión con control electrónico para el funcionamiento del pescante, este dispositivo permite al operador controlar finamente la extracción eliminando la probabilidad de arrastrar ^{99}Mo a la columna cromatográfica y la consiguiente contaminación del producto.

2.3 Mejoramiento de visualización de la FO del proceso

Se instala una cámara de video, permitiendo al operador visualizar la extracción en detalle a distancia disminuyendo la exposición radiactiva operacional.

3. Características del sistema desarrollado

a) Recipiente de la solución madre desarrollado es un frasco de vidrio borosilicatado de 600 mL de volumen el cual se muestra y se compara con el frasco anterior en la Figura 2, se observa el área modificada que corresponde a la zona que ocupa la FO.



Figura 2. RSM anterior, RSM modificado.

El mecanismo porta-pescante desarrollado, es del tipo vertical, fabricado de un bloque de acrílico con un mecanismo de resorte y tornillo que presiona el pescante sin romperlo, un controlador electrónico comanda la velocidad de un motor paso a paso, el cual hace girar un tornillo que desplaza verticalmente el soporte de acrílico por dos barras cilíndricas que sirven de guías, el conjunto está montado sobre un mecanismo que permite girar de la posición de reposo a la posición de trabajo mediante un cilindro neumático giratorio que se encuentra al interior de una base que consta de una caja rectangular fabricada en acero inoxidable fijada sobre la mesa de trabajo mediante dos barras de acero.

b) Para la visualización de la FO se instaló una cámara (webcam) dentro del recinto conectado a una PC, permitiendo al operador visualizar en detalle la operación de extracción sin exponerse directamente a la radiación, durante esta etapa del proceso.



Figura 3. Sistema de extracción de la FO.

4. Resultados

Las pruebas muestran los siguientes resultados:

- El mecanismo porta-pescante de tipo vertical, permite al operador controlar con precisión la posición del pescante en la extracción de la FO, disminuyendo el riesgo de contaminación por arrastre de ^{99}Mo .
- La geometría del RSM permite que la FO ocupe una mayor altura > 15 mm, lo cual permite que la fase se visualice mejor, dando mayor facilidad al operador para la extracción precisa de la misma, obteniendo una extracción del 90 % de la FO con respecto al sistema anterior que extraía el 70 %.
- El mayor rendimiento por extracción, disminuye la cantidad de veces requeridas, ahorra el consumo de solvente, tiempo de proceso y consumo de energía.
- La fase orgánica pasa directamente a la columna cromatográfica, eliminando una fase intermedia y evitando un factor de pérdida.
- La mejora de la geometría del RSM y la incorporación de la cámara de video facilita la extracción de la FO, elimina la necesidad del operador de aproximarse al recinto, disminuyendo su exposición operacional a la radiación.
- Se tiene un sistema de operación muy amigable para los operadores.

5. Conclusiones

La construcción del sistema semiautomatizado para la extracción de la fase orgánica en la producción de solución de $\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$ ha permitido:

- Mejorar el rendimiento de proceso al extraer mayor volumen por extracción.
- Disminuir las extracciones, ahorrando el uso de solvente, el tiempo del proceso y el consumo de energía.
- Mejorar la precisión y visualización del sistema para extraer la FO disminuyendo la probabilidad de contaminación del producto.
- Reducir la exposición del operador. Se observa la separación remotamente mediante la cámara teniendo una mayor distancia que el sistema anterior.

6. Referencias

- [1]. Manual controlador Festo. Stepper motor controller SEC-ST-48-6-P01. 2003.
- [2]. International Atomic Energy Agency. Radioisotope handling facilities and automation of radioisotope production. IAEA-TECDOC-1430. Austria:Vienna; 2004.
- [3]. Festo. Sistemas de mando. Sistemas bus/periferia eléctrica. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.festo.com/ext/es/3584.htm>
- [4]. Karpeles A, Rivero M. Obtención de Soluciones de Pertecneciato (Tc-99m) de alta concentración de actividad. Comisión Nacional de Energía Atómica. Buenos Aires:Argentina; 1973.

Diseño, modificación y equipamiento de un recinto blindado para la producción de la solución $\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$ en la Planta de Producción de Radioisótopos

Jesús Miranda*, Manuel Castro, David Carrillo, Luis Cavero, Ramos Martínez, Jorge Herrera, Arturo Portilla, Manuel Otero, Luis Huatay, Alberto Ramos

Planta de Producción de Radioisótopos. Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se ha modificado, con un nuevo diseño, el sistema de ventilación de un recinto de producción multipropósito que tiene 50 mm de espesor de plomo en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) y que cumple con los requisitos de prevención de contaminación del producto, así como la exposición a las radiaciones del Personal Ocupacionalmente Expuesto (POE). En la implementación de este recinto se combinan los aspectos de seguridad radiológica y farmacéutica utilizando materiales y equipos que cumplen con la normativa. En la ejecución de este trabajo, se describen las acciones que se llevaron a cabo desde las modificaciones al recinto, implementación y equipamiento del sistema químico (Proyecto PER/04/022: "Automatización y control de calidad en la producción de radioisótopos") y las pruebas realizadas.

Abstract

It has modified with a new design the ventilation system for an enclosure of production of 50 mm of thickness of lead, used as multipurpose in the Radioisotopes Plant Production (PPR) that fulfills the requirements prevention of the pollution of the product as well as, radiation exposure of the exhibition to the radiations of the occupationally exposed Personnel (POE). In the implementation of this enclosure there are combined the aspects of radiological and pharmaceutical safety using materials and equipments that fulfill the regulations. Actions that were carried out, for developing this work, including the enclosure, implementation and equipment of the chemical system (Project PER/04/022: "Automation and quality control in radioisotopes production") and tests performing were described.

1. Introducción

De acuerdo con los principios básicos de las Buenas Prácticas de Manufactura de productos farmacéuticos los laboratorios y recintos para la producción de radiofármacos deben ser diseñados teniendo en consideración los aspectos de seguridad radiológica y, el grado de limpieza y esterilidad[1].

El Pertecnetato de Sodio ($\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$) solución inyectable se debe producirse en un recinto que cumpla con las normas exigidas por la Autoridad Nacional en Salud DIGEMID por tratarse de una solución inyectable que se administra en humanos.

Las regulaciones de las Buenas Prácticas de Manufactura definen estos sistemas con suficiente claridad y permiten construir

procesos que cumplan sus requerimientos [2,3]. La producción de radiofármacos en la planta de producción comprende tres grupos de productos (Tabla 1).

Tabla 1 . Productos elaborados en la PPR.

<i>Grupo</i>	<i>Productos</i>
Agentes de Radiodiagnóstico (lío-filizados para inyección endovenosa)	Productos para marcación con ($\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$)
Solución inyectable y Solución Oral	$\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$ Ioduro de Sodio (Na^{131}I)
Inyecciones radiactivas	Iodobencilguanidina (^{131}I). EDTMP/ ^{153}Sm

* Correspondencia autor: jmiranda@ipen.gob.pe

El diseño inicial de los recintos de producción data de la década de los años 80, cuando la aplicación de los conceptos de las Buenas Prácticas de Fabricación de Medicamentos (BPFM) no se había generalizado a la producción de radiofármacos. Si bien los diseños cumplían con los requisitos nacionales e internacionales para la protección radiológica del POE, era necesaria su adecuación a las condiciones que se exigen en las BPFM [1].

Durante el año pasado y principios de este año se ha concluido con la implementación de este nuevo recinto semiautomático que permitirá garantizar la calidad del producto y cumplir con las exigencias de las BPFM para la producción de solución de $\text{Na}^{99\text{m}}\text{TcO}_4$ en suero fisiológico utilizado con productos del primer grupo.

2. Características del recinto de producción

El recinto a modificar tiene una estructura tipo península del tipo A (RETA), es un recinto estanco [4] con un espesor de blindaje Pb/Sb de 50 mm, densidad 11,34 gr/cc. Espesor de visores tubulares de vidrio plomado de 120 mm de espesor y de 5,2 gr/cc de densidad (Figura 1).

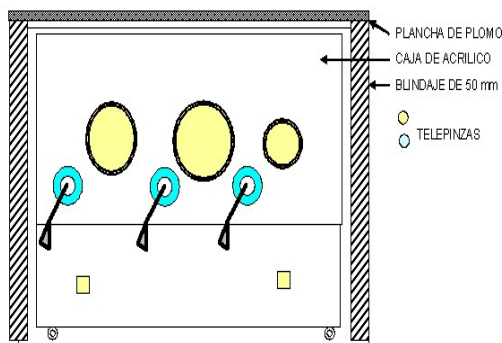


Figura 1. Vista frontal del recinto multiuso sin blindaje.

La operación de estos recintos se realiza desde el laboratorio y el servicio desde el corredor caliente (Figura 2).

El recinto está conformado por una estructura de perfilera tubular de sección cuadrada, subdividida en dos volúmenes separados por el plano de trabajo y provistos de cerramiento con paneles de metacrilato de metilo, transparentes e incoloros.

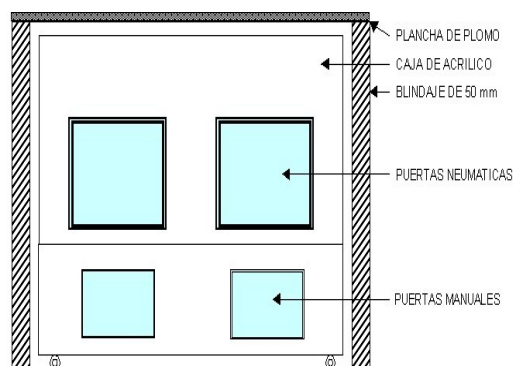


Figura 2. Vista posterior del recinto multiuso sin blindaje frontal.

El panel frontal se encuentra atravesado por una barra de mando para válvulas, la estanqueidad es conservada por pasamuros que alojan un anillo de sello de elastómero de tensión regulable.

El panel de cierre de tope o techo, permite el ingreso de servicios y alimentadores (eléctrico y señales). Tanto el paso de mangueras de distinto tipo como el cableado necesario se realizan sin interrumpir la estanqueidad de la vitrina. La parte posterior orientada hacia el corredor caliente, posee en su sector superior placas de cerramiento metálicas fijadas a la estructura con el mismo criterio que los paneles anteriormente mencionados. En las placas se ubican las puertas accionadas por un sistema electro neumático. Las puertas, una de ingreso y otra para salida del material, son de acción vertical con cierre guiado y sello por burlete de elastómero.

El ingreso del carro de transporte a través de las mismas está limitado por barras de guía, fijadas según la ubicación de los componentes del proceso en el interior del recinto, para prevenir interferencias o roturas de los equipos instalados. En el sector posterior e inferior se encuentran fijados dos placas transparentes con puertas de accionamiento manual abisagradas.

Todo el conjunto se desplaza sobre cuatro ruedas orientables cuya finalidad es la permitir el traslado hacia la posición de la estructura dentro de la cual irá fijada con topes y trabas.

3. Características del Sistema de Ventilación

La extracción de aire del recinto de producción se realiza por un sistema independiente de conductos herméticos y con tratamiento superficial anticorrosivo. El recinto se encuentra en depresión 30 mmca respecto al corredor caliente, en caso de falla de la depresión por abertura intencional o accidental, se incrementa el caudal de extracción 4 veces de 140 m³/h hasta valores del orden de 450 m³/h para contrarrestar la difusión de contaminantes hacia el exterior. La Inyección de aire se realiza a través de filtros absolutos y su expulsión a través de pre filtros y filtros combinados (Figura 3).

Los efluentes extraídos pasan por un sistema filtrante absoluto previo a su expulsión al ambiente externo existiendo un sistema de monitoreo continuo de los mismos a efectos de constatar y corregir el nivel de aceptabilidad en seguridad radiológica para el medio ambiente.

4. Desarrollo

En la Tabla N° 2 se indica las acciones realizadas en la ejecución de este trabajo.

Tabla 2. Actividades desarrolladas para el trabajo de la celda de pertecnato de sodio.

Actividad	Local	Ejecutor
Desmantelamiento de la celda multiuso	Corredor caliente	Personal de mantenimiento
Traslado de la caja de acrílico	Taller PPRR	Personal de mantenimiento
Implementación del proceso semiautomático	N° 22	Personal de mantenimiento
Diseño del sistema de ventilación	Taller PPRR	Personal de Producción
Acondicionamiento de la caja de acrílico	Taller PPRR	Personal de mantenimiento
Fabricación de componentes	Taller PPRR	Personal de mantenimiento
Acondicionamiento de caja de transferencia del nuevo recinto	Taller PPRR	Personal de mantenimiento
Pruebas del proceso semiautomatizado	N° 22	Personal de producción y mantenimiento
Traslado e instalación de los componentes a la caja de acrílico	Taller PPRR	Personal de producción
Acondicionamiento mecánico, eléctrico y electrónico	Taller PPRR	Personal de producción y mantenimiento

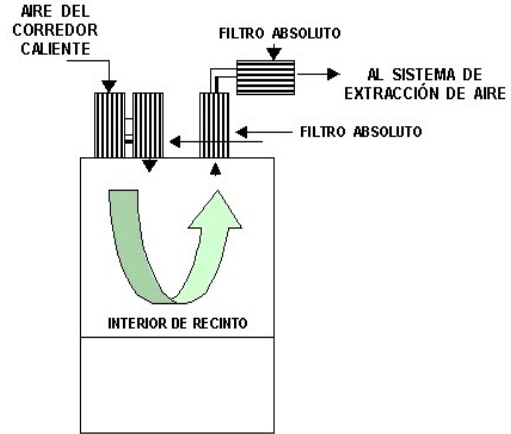


Figura 3. Sistema de ventilación del recinto multiuso.

5. Resultados

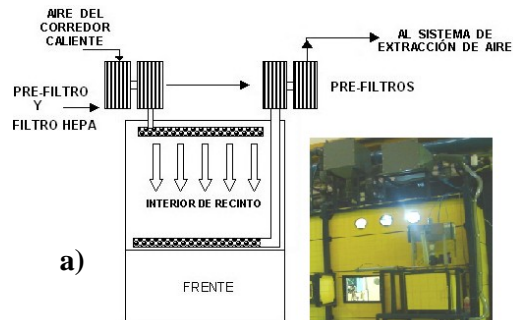
5.1 Sistema de ventilación

El nuevo recinto cuenta con una caja de transferencia y conjunto de procesamientos químicos; ambos, con sistemas de ventilación independiente compuestos por un controlador de procesos Contemp, medidor de presión RPM-1 y un posicionador inteligente GEMU.

Se instaló un sistema de interbloqueo en las puertas de la caja de transferencia para impedir su apertura simultánea, y por lo tanto, se minimizara el riesgo de entrada de aire del corredor caliente hacia el interior del recinto estanco.

Una de las puertas posteriores colindante con el corredor caliente permanecerá cerrada todo el tiempo y solo se utilizará para las labores de mantenimiento.

En la Figura 4 se muestra el diagrama del sistema de ventilación dentro del recinto de procesamiento químico y dispensado.



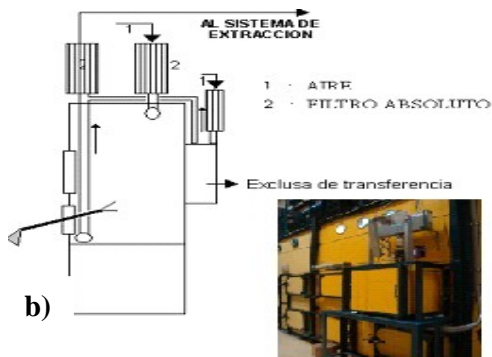


Figura 4. a) Sistema de ventilación del recinto multiuso modificado. b) Sistema de ventilación modificado (vista lateral).

5.2 Sistema químico

El método de producción es el de extracción con metiletilcetona, por esa razón hay pocos equipos de vidrio, no tiene válvulas mecánicas y todo el montaje es en acero inoxidable. Para la conexión de las etapas de producción se utilizó PTFE. El sistema de refrigeración utiliza agua destilada recirculada a temperatura constante. El dispensado es automático. El montaje del sistema químico fuera y dentro de la caja de acrílico e instalado en el recinto terminado (Figuras 5 y 6) cuenta con todo el equipo necesario para el procesamiento del Mo-99 y de Tc-99m.

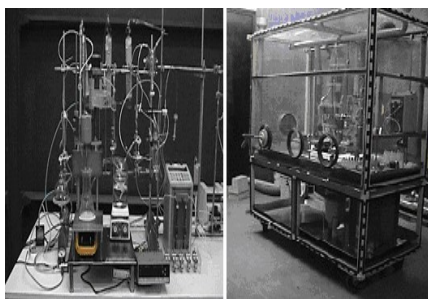


Figura 5. Montaje del sistema químico semi-automatizado para la producción de Tc-99m. fuera y dentro de la caja de acrílico.



Figura 6. Sistema químico instalado dentro del recinto blindado.

Los diagramas de flujo de los procesos se muestran en la Figura 7. (a) antes de la modificación y (b) después de la modificación.

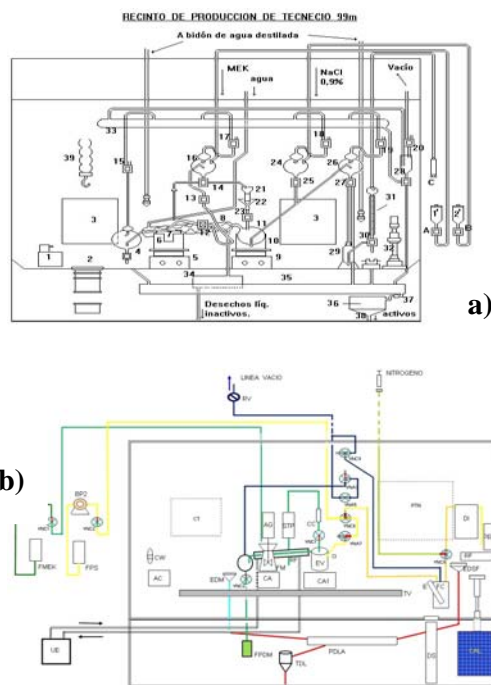


Figura 7. a) Diagrama del proceso químico antes y b) Diagrama del proceso químico después de la modificación.

5.3 Sistema mecánico, eléctrico y electrónico

Se eliminó del panel frontal, las barras de mando para válvulas y pasamuros. Se construyó e instaló una esclusa de transferencia (Figura 8).



Figura 8. Puertas de esclusa de transferencia (flecha azul) y puerta de mantenimiento (flecha roja).

Se fabricó componentes mecánicos de acero inoxidable 316L para las bandejas y para la esclusa en acero inoxidable 304, puertas neumáticas, mesa de trabajo, guías y soportes de los dispositivos de agitación y extracción, base de la ruleta dosificadora, abridora y cerradora de viales, abridora de capsulas de

aluminio, tanque desechos líquidos, componentes del sistema medición, bárrales y dados de sujeción. Asimismo, se instaló el sistema eléctrico-electrónico para los diferentes equipos e instrumentos de este recinto.

5.4 Sistema de desechos radiactivos sólidos y líquidos

El recinto cuenta con sistema de desechos sólidos (Figura 9) para las cápsulas vacías de aluminio que van directamente a un sistema blindado (5 cm de espesor de plomo) y a través de una tubería de PVC de 4" de diámetro y conectados a dos válvulas de 4".

Los desechos líquidos son almacenados dentro del recinto en la parte inferior, en un tanque de acero inoxidable de 10 litros de capacidad el cual esta conectado al sistema de desechos líquidos activos de la planta. (Figura 10).

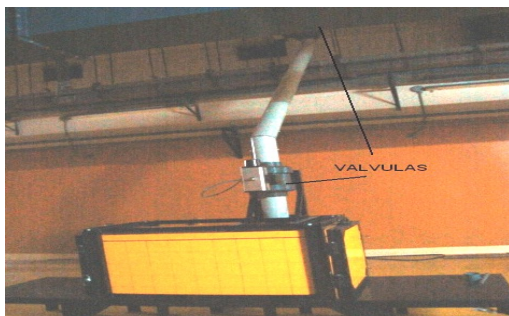


Figura 9. Sistema de desechos sólidos activos



Figura 10. Sistema de desechos líquidos activos.

6. Conclusiones

El diseño del recinto de producción de solución de Pertecnetato de sodio ($\text{Na}^{99m}\text{TcO}_4$) cumple con los requerimientos de las BPFM.

En el sistema de procesamiento químico semiautomatizado se cambió el sistema de válvulas manuales por válvulas solenoides. Se reemplazó todo los soportes y materiales de aluminio e incluso la bandeja (inicialmente de PVC) por acero inoxidable y todas las conexiones del sistema químico son de Teflón. Se suprimió la mayor cantidad de equipos de vidrio y de conexiones (mangueras de HDPE).

El sistema de refrigeración del sistema de evaporación inicialmente utilizado con agua potable fue cambiado por un equipo de recirculación que utiliza agua destilada a una temperatura constante de 15 °C.

Se ha instalado una esclusa de transferencia, que contará con su sistema propio de ventilación independiente y un sistema de enclavamiento el que permitirá la estanqueidad del recinto de producción y evitará la posible contaminación por partículas (Figura 11).

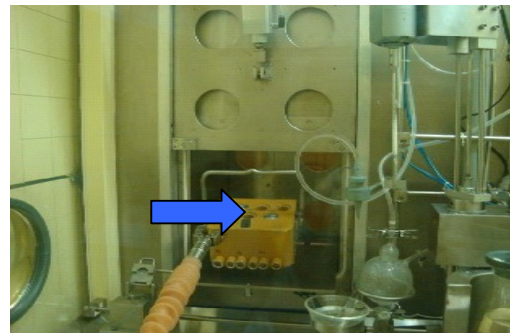


Figura 11. Esclusa de transferencia y enclavamiento.

6. Referencias

- [1] Organismo Internacional de Energía Atómica. Manual de Buenas Prácticas radio farmacéuticas ARCAL XV Producción y Control de Radiofármacos, Julio, 1998.
- [2] Revista Nucleus. 2003; 33:11-16.
- [3] Guide to good manufacturing practices. BioPharm International. November 2004.
- [4] Organismo Internacional de Energía Atómica. Radioisotope handling facilities and automation of radioisotope production. IAEA-TECDOC-1430-December 2004.
- [5] Organismo Internacional de Energía Atómica. Manual for reactor produced radioisotopes. IAEA-TECDOC-1340. Vienna: Austria; 2003.

Sistema de supervisión del proceso de sublimación de la celda de producción de Iodo-131

Ever Cifuentes^{1,3,*}, José Pardo², Jorge Herrera², Elías Ocaña², Ramos Martínez²

¹ Dirección de Investigación y Desarrollo. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Lima 41, Perú

² Dirección de Producción. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Lima 41, Perú

³ Facultad de Ingeniería Electrónica y Eléctrica. Universidad Nacional Mayor de San Marcos

Resumen

Se ha desarrollado un sistema de supervisión y monitoreo para la etapa de sublimación en el proceso de producción del radioisótopo ¹³¹I. El sistema permite convertir la señal analógica en una señal digital, registrando y almacenando los datos de temperatura como de la actividad obtenida, los cuales son incorporados en los registros de producción permitiendo garantizar su trazabilidad. Otro beneficio adicional está asociado con la optimización constante de los procesos de producción de Iodo-131. Para el presente proyecto se ha utilizado dos acondicionadores de señal uno para la temperatura y otro para la señal de la actividad, ambas señales son digitalizadas por el microcontrolador ATMEGA8 y posteriormente son enviadas vía serial a una PC, las señales son visualizadas en 2 paneles desarrollados con el programa Labview.

Abstract

It has been developed a system of supervision and monitoring for the sublimation stage of the production process of Iodine-131 radioisotope. The system allows conversion of the analog signal into a digital signal and its recording; the storage of data of both temperature and activity obtained, which will be incorporated in the records of production, allowing traceability. An additional benefit is associated with the constant optimization of Iodine-131 production process. Two signal conditioners for temperature and for activity were used in this project, both signals were digitized by the microcontroller ATMEGA8 and then sent via serial to a PC, the signals were displayed on two display panels made using Labview software.

1. Introducción

El objetivo del presente trabajo es la digitalización, registro y almacenamiento de los datos de temperatura y de la actividad obtenida, los cuales serán incorporados en los registros de producción, permitiendo garantizar su trazabilidad, tal como lo requiere las Buenas Prácticas de Manufactura y serán útiles para la optimización constante en los procesos de producción del Iodo-131[1].

El desarrollo del proyecto integra dos aspectos, la parte de hardware, cuya función es captar las señales generadas por los sensores durante la etapa de sublimación en el proceso de producción de Iodo-131, las que deben ser previamente acondicionadas y amplificadas, para luego ser digitalizadas y enviadas a la PC a través del puerto serie. Para ello se utiliza el microcontrolador ATMEGA8, el cual tiene 6 entradas para señales analógicas de 10 bits, sólo se usan 02

canales para este trabajo [2]. El compilador que se usa para el desarrollo del programa del microcontrolador ATMEGA8 es el BASCOM-AVR [3].

El otro aspecto es el software desarrollado con el Labview 6.i [4], con la cual se maneja el programa de visualización y nos permite almacenar los datos del adquiridos a través del microcontrolador ATMEGA8.

2. Desarrollo del trabajo

El proyecto esta conformada por:

- Acondicionamiento de la señal, y
- Programa del ATMEGA8.

2.1 Hardware

Integrada por los acondicionadores de señal, donde cada uno esta constituido por dos operacionales, el primero como aislador y el segundo como un amplificador cuya ganancia

* Correspondencia autor: ecifuentes@ipen.gob.pe

es 20, cada una de las señales amplificadas son ingresadas a un canal analógico del microcontrolador el cual es programado para muestrear la señal cada segundo y enviar los valores vía serie a la PC donde es captada y tratado por el programa realizado en Labview.

2.1.1 Acondicionamiento de la señal

Ambas señales: Temperatura y Actividad, son tomadas de las entradas de los convertidores de display numéricos que tiene el equipo IODINE 131 cuya amplitud máxima es de 200 mv. El circuito acondicionador tiene una ganancia de 20 tal como se muestra en la Figura 1.

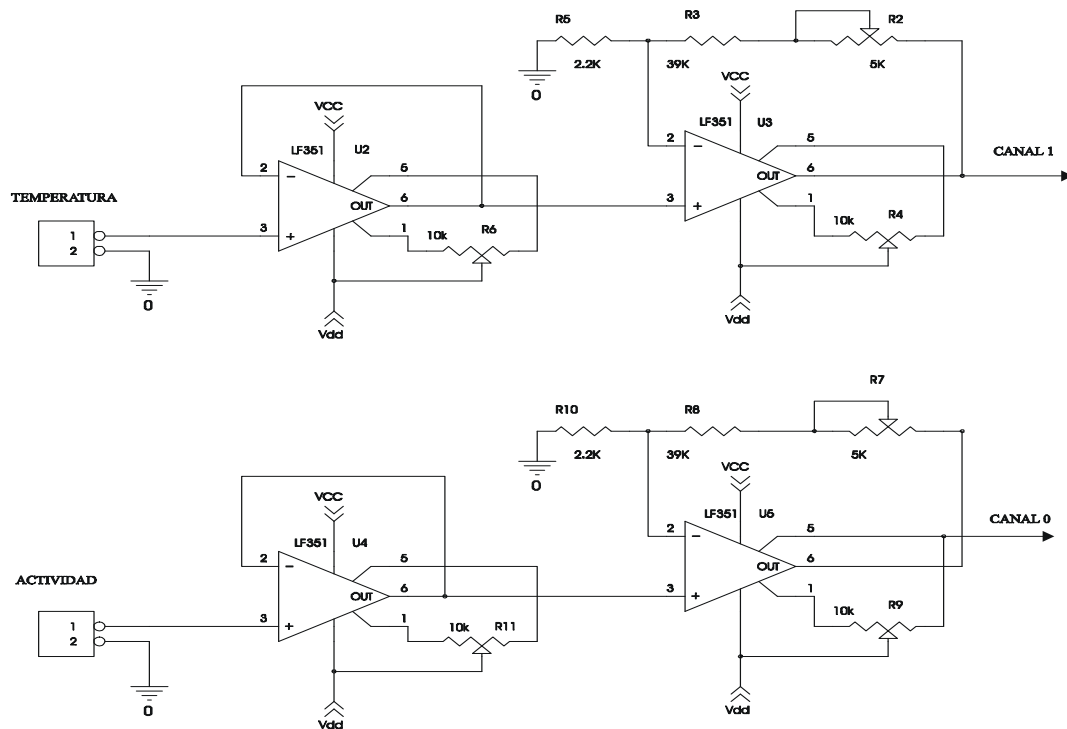


Figura 1. Circuito de acondicionamiento de señal.

2.1.2 Programa del ATMEGA8

El programa se realizó usando el compilador BASCOM-AVR. En esencia el programa consiste en la producción de una interrupción cada segundo, en este intervalo se mide los datos de las 02 entradas analógicas y se envían por el puerto serie a la PC haciendo uso del circuito integrado MAX232, tal como se muestra el esquema básico en la Figura 2.

2.2 Desarrollo del software

Se utilizó una PC Pentium I de 300 Mhz con un sistema operativo Windows 98SE. El programa desarrollado en Labview permite adquirir y salvar los datos mediante el puerto serial, los que son enviados por el microcontrolador ATMEGA8. El Programa

consta de tres módulos, el primer módulo recibe las señales de comunicación por el puerto serie de la PC (para la adquisición), según protocolos establecido en la hoja técnica del ATMEGA8.

El siguiente módulo está encargado de decodificar los datos en función al canal del cual procede y mostrarlos en la pantalla para su visualización. El último módulo almacena en línea los datos en dos archivos, uno de extensión *.xls para su posterior interpretación y análisis, y el otro en extensión *.txt con los datos adquiridos del proceso, como son el nombre del operados, asistente, hora de inicio y hora fin del proceso, etc., como se muestra en la Figura 3.

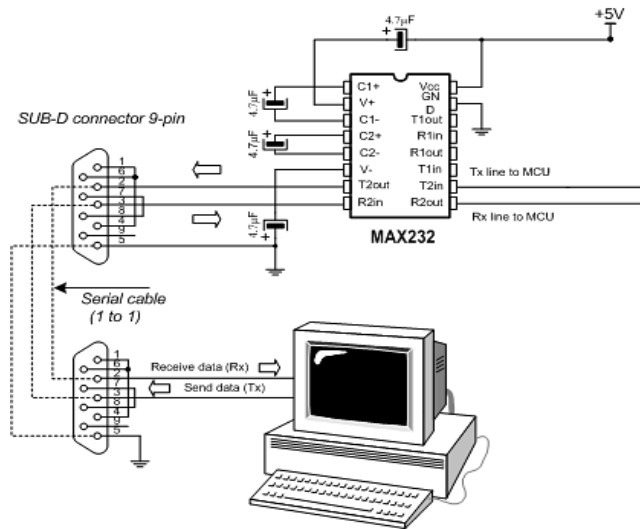


Figura 2. Circuito de comunicación serie.



Figura 3. Pantalla principal donde se muestra el personal y los datos.

3. Resultados y Discusión

- Se ha diseñado un sistema que permite la supervisión y el monitoreo de los datos en la etapa de sublimación durante el proceso de producción de Iodo-131 en forma automática.
- Los registros de producción permiten garantizar la trazabilidad del proceso y son útiles para la optimización constante en el proceso de producción de Iodo-131.
- La disponibilidad de nuevos microcontroladores nos permiten desarrollar

sistemas de adquisición de datos a costos bajos y de buen desempeño.

4. Conclusiones

- Se ha desarrollado un sistema de adquisición de datos de bajo costo, que permite supervisar y registrar los datos de la etapa de sublimación en el proceso de producción de Iodo-131.
- El sistema de monitoreo y adquisición de datos con el soporte de un software adecuado,

es un elemento de ayuda al personal de producción e investigación.

5. Agradecimientos

A las direcciones generales de INDE y PROD del IPEN, por las facilidades otorgadas para la realización del presente trabajo.

6. Bibliografía

[1] Cifuentes E, Pardo J. Sistema de Adquisición y monitoreo de procesos

“SADQ-I”. Revista de Electrónica de la UNMSM. 2007 Ago; 19:3-6.

[2] ATMEL. Data Sheet del ATMEGA8. [serie en Internet]. Disponible en: URL <http://www.atmel.com>

[3] MCS Electronics Embedded Systems Basic Compilers Development, BASCOM. [serie en Internet]. Disponible en: URL <http://www.mcselec.com>

[4] NI.- Labview. User Manual. 2000.

IV. Aplicaciones en Minería, Industria y Medioambiente

The optimization of gamma spectra processing in prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA)

Jean-Louis Pinault¹, José Solís^{2,*}

¹ IAEA Expert, 96 rue du Port David, 45370 Dry, France

² Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima 41, Perú

Resumen

La incertidumbre del análisis elemental es uno de los factores determinantes para utilizar en línea el análisis por activación de gammas inmediatos (PGNAA) en procesos productivos. En este artículo, se presenta un método general aplicable al procesamiento de un espectro Gamma y aplicado a PGNAA en la industria minera. Este método está basado en la transformada de Fourier del espectro y su correlación en el espacio Fourier y el procesamiento del solapamiento de los picos característicos minimiza la propagación de errores aleatorios, lo cual optimiza la exactitud y disminuye los límites de detección de los análisis elementales. La mejora puede ser considerable en comparación con el método clásico que se basa en la combinación lineal de las regiones relevantes del espectro, especialmente cuando hay varios elementos que interfieren. El método ha sido aplicado a algunos casos.

Abstract

The uncertainty of the elemental analysis is one of the major factors governing the utility of on-line prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA) in the blending and sorting of bulk materials. In this paper, a general method applicable to Gamma spectra processing is presented and applied to PGNAA in mineral industry. Based on the Fourier transform of spectra and their de-correlation in the Fourier space, processing of overlapping of characteristic peaks minimizes the propagation of random errors, which optimizes the accuracy and decreases the detection limits of elemental analyses. In comparison with classical methods based on the linear combinations of relevant regions of spectra the improvement may be considerable, especially when several elements are interfering. The method is applied to four case histories covering both borehole logging and on-line analysis on conveyor belt of raw materials.

1. Introduction

The prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA) method has developed considerably for bulk-materials analysis. Taking advantage of the representativity of PGNAA owing to the large mass of material investigated, companies have built commercial systems for the real-time analysis of materials for raw mix preparation [1] such as phosphate [2], limestone, marls and clays intended to the fabrication of clinker [3-8] and coal moving on conveyor belts [9].

In the cement industry, PGNAA enables the optimal blending of raw materials before processing and the verification of chemical uniformity of the final product. In the coal industry, on-line measurements have found particular use in reporting the thermal energy and sulphur content of coal and for determining the fraction of the coal that is not

hydrocarbon and will remain as ash after combustion.

In mineral industry, another important industrial application of PGNAA is borehole logging for both the delineation of ore deposits and the in-situ determination of ore quality [10-13]. Borehole logging is a valuable addition for mine exploration and mapping, enabling an automatic real-time update of the mine plan. It can be calibrated to analyze a wide variety of raw materials such as iron, nickel or copper ore, coal or limestone. Borehole logging has mainly developed in open pit coal mines for the determination of ash content as well as in-situ assaying of iron and sulphur. Borehole logging in blast holes produces a representative analysis of the bulk material before being processed.

* Corresponding author: jsolis@ipen.gob.pe

Due to both industrial constrains and the needs for high efficiency detectors, scintillators are generally used for performing Gamma spectrometry. Spectra processing is crucial since the best accuracy has to be obtained in the analysis of raw materials while the strength of the neutron source is as low as possible and the sampling rate is high: typically, measurements occur every minute in process control.

Here is presented a method for spectra processing that minimizes the propagation of random errors in order to optimize the accuracy and to decrease the detection limits of elemental analyses. The bases of this method were presented previously [14] relies on the processing of spectra in the Fourier space. Indeed, this technique has three advantages:

- The peaks and background can be separated easily without modelling background as it is generally required in the physical space. Background may therefore be high, especially when isotopic neutron sources are used, due to neutron interactions into the scintillators.
- The characteristic spectra associated to elements can be de-correlated in order to decrease random errors related to peak area.
- Peak search may be performed in the Fourier space by using an autoregressive filter.

It will be shown the accuracy obtained from this method is close to an optimum from case histories for which the International Atomic Energy Agency (IAEA) backed up the technical part of the projects.

2. The lowest random errors related to peak areas

When the only interference with the characteristic peaks of a given element is background, the lowest relative variance of peak areas referring to a particular element is given by (1).

$$Var = \inf \left[\sum_{n=1, N} \sum_{i_1(n)} \sum_{i_2(n)} E(S(i)) \left(\sum_{n=1, N} \sum_{i_1(n)} \sum_{i_2(n)} (E(S(i)) - Bkg(i)) \right)^2 \right] \quad (1)$$

where $E(S(i))$ represents the expected values of the spectrum. The lowest variance is reached by optimizing the boundaries $i_1(n)$ and $i_2(n)$ from which peak areas are integrated. In this relationship it is assumed

the main random errors come from counting (2) and (3) and the background $Bkg(i)$ is known exactly.

$$Var[S(i)] = E[S(i)] \quad (2)$$

$$Cov[S(i), S(j)] = 0 \text{ if } i \neq j \quad (3)$$

The relationship (2) expresses the variance of $S(i)$ equals its expected value since it follows a Poisson law and the relationship (3) expresses the independency of $S(i)$ and $S(j)$. An estimator of the lowest relative variance of peak areas is obtained by replacing $E(S(i))$ by $S(i)$ in (1).

Interferences inducing the overlapping of peaks produced by different elements increase the relative variance assigned to the sum of peak areas relative to every elements. The increase in the relative variance is all the more significant as the elementary spectra are correlated. The method that is proposed allows minimizing the relative variance of peak areas that is close to its lowest value (1) when an element is free of interference. When interferences occur between elements the propagation of errors is optimized while overlapping is processed.

3. The determination of peak areas

As was developed in [14] the transformation of spectra in the Fourier space requires a re-sampling of the spectrum so that in the new representation the full width at half maximum (FWHM) is independent of energy. Thus, a step by step integration is used, consisting in using a virtual ADC whose conversion gain for energy ih is $\Delta_0 / \Delta(ih)$, where $\Delta(ih)$ is the FWHM at energy ih and Δ_0 a constant such as $\Delta_0 \leq \Delta(ih) \forall i$ (h is the energy increment per channel).

By construction, after re-sampling the spectrum is such that:

- peak areas are preserved;
- the FWHM is Δ_0 independent of the channels.

Moreover, the re-sampling of the spectrum does not alter the relationships (2) and (3). To keep the spectrum clear of discontinuities, it is arranged symmetrically on both sides of the ordinate axis, i.e. the first channel in the

selected window of the spectrum. Thus, the spectrum is defined such that $S(-i) = S(i)$. The Fourier transform (FT) of such a spectrum is real. These precautions are needed to benefit in the Fourier representation from a broad band representative of peaks (discontinuities would generate high frequencies interfering with those characteristic of the peaks).

Peak areas can be estimated by the least squares method which consists in fitting the spectrum represented in the Fourier space by a linear combination of elementary spectra obtained from the detection of unscattered and scattered γ rays issuing from prompt and delayed nuclear reactions. An additional component represents the background produced by unscattered and scattered γ rays issuing from the neutron source as well as neutron interactions into the scintillators. These assertions assume that the spectra can always be restored by a linear combination of such components, which is generally the case in a broad band of the FT. At high frequencies, random errors related to the FT are large. Approximately, random errors generate a white noise in Fourier representation while the FT of peaks strongly decreases when frequencies are increasing. This suggests that a band as representative of the peaks as possible must be selected in the FT of the spectrum. The FT can be written in matrix notation as:

$$\text{FT}(\mathbf{S}) = \mathbf{S} \cdot \mathbf{M} \quad (4)$$

where $\mathbf{S} = |S(1) \cdots S(N)|$ is the spectrum and \mathbf{M} is a square matrix the general term of which is

$$\phi_{km} = \exp(-2i\pi km / N) \quad (5)$$

Then, the variance matrix of

$$\text{FT}(\mathbf{S}) = \mathbf{Z} = \mathbf{M}^* \text{VAR}(\mathbf{S}) \mathbf{M} \quad (6)$$

where \mathbf{M}^* is the adjoint matrix of \mathbf{M} and $\text{VAR}(\mathbf{S})$ is the variance matrix of \mathbf{S} , the general term of which is $S(k)\delta_{km}$, $\delta_{km} = 1$ if $k=m$ and $\delta_{km} = 0$ if $k \neq m$, from (2) and (3).

Then, the general term of \mathbf{Z} is:

$$z_{km} = \sum_{j=0, N-1} S(j) e^{-2i\pi(m-k)j / N} \quad (7)$$

Therefore, z_{km} is the discrete FT of the spectrum \mathbf{S} at the point $(k-m)/N$. In addition, z_{km} is a Toeplitz matrix i.e. the

general term z_{km} depends on the difference $k-m$ of the indices k and m .

The least squares method consists in minimization of the quadratic sum $R^T Z^{-1} R$ where R is an $(r \times 1)$ column vector of residuals, r is the width of the selected band in $\text{FT}(\mathbf{S})$. The elements of R are:

$$r_i = x(i) - \sum_{k=1, p} \theta_k \phi_k(i) \quad (8)$$

where x is the Fourier transform of the spectrum S , $\phi_k(i)$ $k=1, \dots, p$ represent the Fourier transform of the p elements. \mathbf{Z}^{-1} is the so-called weight matrix of the observations, \mathbf{Z} being inverted from the Levinson algorithm. The solution obtained from the weighted least squares method is [14]:

$$\Theta = (\Phi^T \mathbf{Z}^{-1} \Phi)^{-1} \Phi^T \mathbf{Z}^{-1} \mathbf{X} \quad (9)$$

Θ is the $(p \times 1)$ column vector whose elements are peak areas θ_k , \mathbf{X} is the $(r \times 1)$ column vector whose elements are $x(i)$, i.e. the Fourier transform of S corresponding to the band, Φ is an $(r \times p)$ matrix whose elements are $\phi_k(i)$, i.e. the Fourier transform of the p elementary spectra. The variance of Θ is:

$$\text{VAR}(\Theta) = (\Phi^T \mathbf{Z}^{-1} \Phi)^{-1} \quad (10)$$

The diagonal terms, i.e. the variance of peak areas, θ_k , strongly depends on the conditioning of the matrix in the second member of (10). This variance can be minimized by selecting a relevant band in the Fourier space in order to de-correlate the Fourier transform of elementary spectra.

4. The de-correlation of elementary spectra in the Fourier space

Due to the Gaussian asymptotic behaviour of peaks, $f(s) = E(\text{FT}(S))$ tends towards:

$$f(s) \rightarrow 2 \exp(-2\pi^2 \sigma^2 s^2) \sum_{i=1, p} \theta_i \cos(2\pi x_i s) \quad (11)$$

as $|s|$ increases [14]; θ_i is the area of peak i , x_i is its location in S and $\sigma = \Delta_0 / 2\sqrt{2 \ln(2)}$ as defined above. If equation (11) represents the Fourier transform $f(s)$ of an elementary spectrum,

the correlation coefficient between two elementary spectra depends on the band $[s_l, s_h]$ on which are defined $f(s)$. Owing to the decreasing of $f(s)$, the influence of the band width is mainly perceptible when the lower limit s_l of spectra in the Fourier space is altered provided the upper limit s_k is large enough. Actually, s_k is fixed to 128 and s_l varies between 1 and 32 (the sampling step of the Fourier transform is $1/64\Delta_0$). In (11) the decreasing term $\exp(-2\pi^2\sigma^2s^2) = 6.5 \cdot 10^{-7}$ if $s=2/\Delta_0$.

The separation of elementary spectra in the Fourier space $f_i(s)$ and $f_j(s)$ is all the more accurate as the spectra are de-correlated, i.e. the conditioning of the correlation matrix is optimized. For this, their correlation coefficient that depends on the lower limit s_l

$$(12) \quad \frac{\sum_{s=s_l,128} (f_i(s) - \overline{f_i(s)}) (f_j(s) - \overline{f_j(s)})}{\sqrt{\sum_{s=s_l,128} (f_i(s) - \overline{f_i(s)})^2} \times \sqrt{\sum_{s=s_l,128} (f_j(s) - \overline{f_j(s)})^2}}$$

should be close to 0. The behaviour of the correlation coefficient versus the lower limit s_l of spectra in the Fourier space is illustrated in the last column of Fig. 1 for some couples of elementary spectra obtained from the simulation of prompt γ rays induced by neutron captures. The MOCA Monte Carlo code [15-17] is used with the configuration that corresponds to the on-line analyzer developed in Chile (Table 1, Fig. 2). The simulated spectra represented in the first column of Fig. 1 result from both unscattered and scattered γ rays emitted by the corresponding element. The background is obtained thanks to a benchmark experiment by subtracting the simulated spectra of pure elements from a spectrum obtained experimentally while all the specifications are controlled.

Most of the couples have a zero correlation coefficient provided the lower limit s_l of spectra in the Fourier space is properly defined (last column of Fig. 1). However spectra that are highly correlated in the physical space (the correlation coefficients of the couples (Fe, Al), (Fe, Cu) and (Al, Cu) are 0.70, 0.88 and 0.59, respectively) have correlation coefficients that may not decrease

below 0.5 in the Fourier space whatever the lower limit s_l .

In the case of complex spectra S from which the characteristic spectra of n elements have to be separated, suppose the following decomposition:

$$S = \theta_1 S_1 + \dots + \theta_n S_n + \theta_{Bkg} S_{Bkg} + \varepsilon \quad (13)$$

where S_1, \dots, S_n are the characteristic spectra, S_{Bkg} is the background and ε represents the noise. The same decomposition is still valid in the Fourier space:

$$FT(S) = \theta_1 FT(S_1) + \dots + \theta_n FT(S_n) + \theta_{Bkg} FT(S_{Bkg}) + FT(\varepsilon) \quad (14)$$

and, to be separated properly every component S_i has to be de-correlated from the remaining part of the spectrum, i.e.:

$$0 FT(S) + \dots + \theta_{i-1} S_{i-1} + \theta_{i+1} S_{i+1} + \dots + \theta_n FT(S_n) + \theta_{Bkg} FT(S_{Bkg}) \quad (15)$$

It is the reason why the random errors related to the concentrations estimated from the peak areas depend on the lower limit s_l of spectra in the Fourier space. Thus, for every element i , s_{opt} is optimized while the calibration curves are computed from the general equation (16) the coefficients β_0, β_1, \dots being related to the inter-elements effects (q is the number of elements involved in the inter-element effects):

$$\hat{C}_i = \theta_i (\beta_0 + \beta_1 \theta_1 + \dots + \beta_q \theta_q) \quad (16)$$

Indeed, since the estimated standard deviation Std :

$$Std = \frac{1}{N-1} \sqrt{\sum_{i=1, N} (C_i - \hat{C}_i)^2} \quad (17)$$

that characterizes the deviations between the standards C_i used for the calibration and the estimated concentrations \hat{C}_i (N is the number of samples) depends on the lower limit s_l of spectra in the Fourier space, s_{opt} is defined such that the standard deviation is minimum, i.e.:

$$Std(s_{opt}) = \min_{s_l} (std(s_l)) \quad (18)$$

The method is illustrated in Fig. 3 for the calibration of the main components of bulk materials that have been analysed within four case histories, i.e. borehole logging in limestone intended to the production of cement (Cementos Lima, Peru), borehole

logging and on-line analysis on conveyor belt of porphyry copper (Chuquicamata mine, Chile) and on-line analysis of ash in coal (steel mill Acerias Paz del Rio, Colombia). The standard deviations versus the lower

limits s_l of spectra in the Fourier space are minimized in Fig. 3(a), (g), (m) and (s).

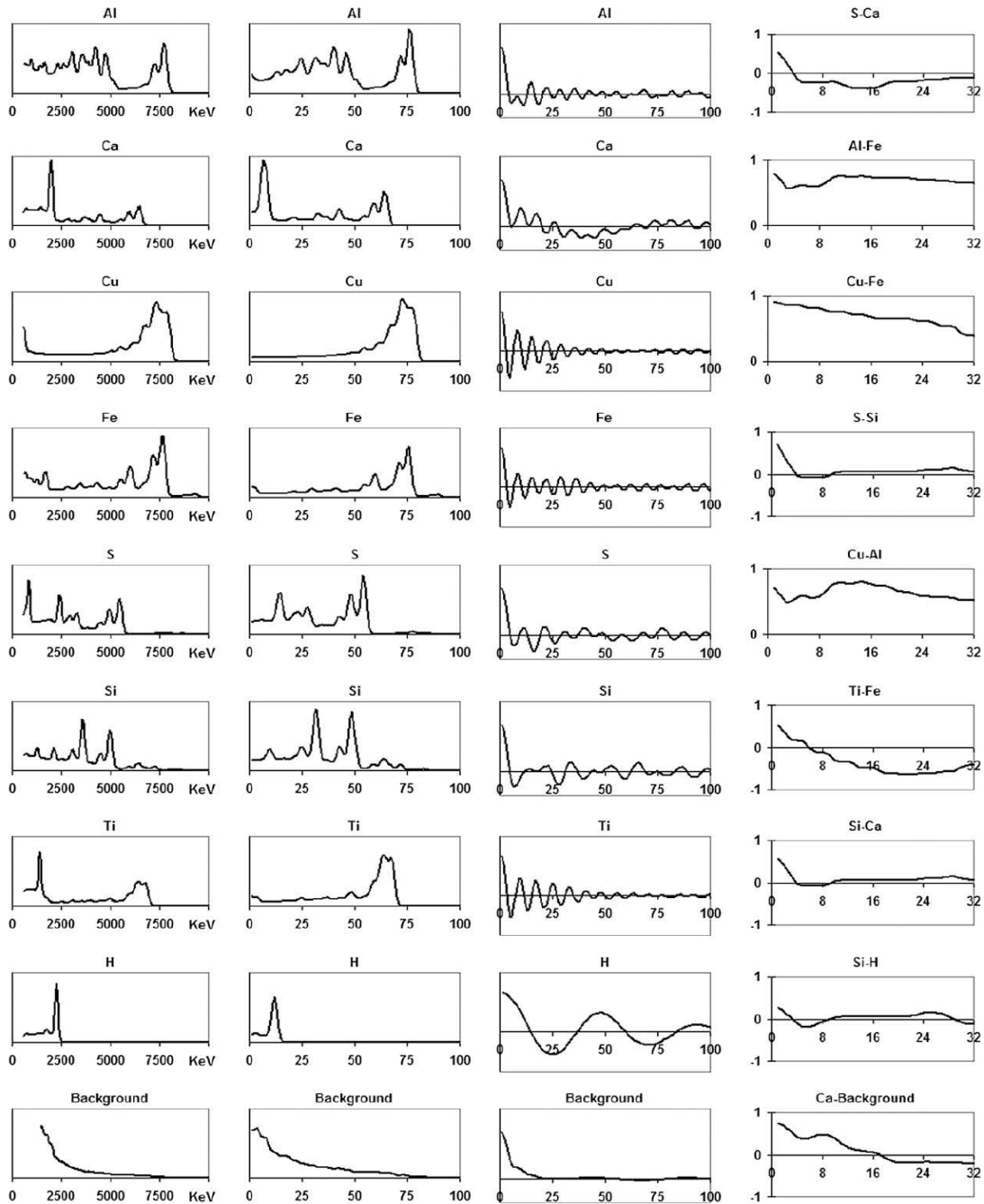


Figure 1. Original and transformed spectra. The first column represents the elementary spectra simulated by Monte Carlo method that are used in the different case histories and the background (count rates represented on Y-axis are arbitrary); a 3 in.x3in. BGO detector used. The second column represents the same spectra once they are resampled. The third column exhibits the Fourier transforms of the re-sampled spectra and the last column shows the correlation coefficient (12) of the Fourier transforms versus the lower limit s_l from which the transformations are considered.

Table 1. Specifications of the equipments.

	Target	Source activity (MgCf)	Size detector BGO	Source to detector spacing (cm)	Resolution (keV for H peak)	Threshold for spectra processing (MeV)	Gain stabilization	Acquisition time (s)	Spectra used for calibration obtained	Number of samples for calibration
Peru borehole logging	Cement	0,45	2 in. x 4 in.	27	198	1,8	Hardware	420	Experimentally	28
Chile borehole logging	Copper	0,83	2 in. x 4 in.	27	198	1,8	Hardware	750	Experimentally	54
Chile on-line analyzer	Cooper	9,2	3 in. x 3 in.	61,25	190	1,8	Software	245	Simulated	10
Colombia on-line analyzer	Coal quality	9,3	3 in. x 3 in.	61,25	185	2,4	Software	765	Simulation	7

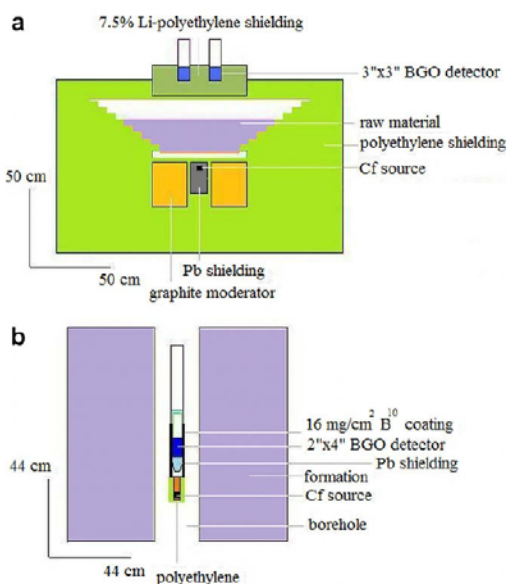


Figure 2. Configurations used in the Monte Carlo code – (a) On-line analyzer: 2 detectors are used to improve the representativity of the analysis throughout the cross section of the material. The moderator of neutrons while preventing them from escaping from the analyser. Lithied polyethylene around the detector slows down and absorbs neutrons without emitting spurious γ rays. The contours of the material on the belt reflect the elements used in the Monte Carlo code to take into account the actual geometry of the belt and the shielding- (b) Borehole logging: polyethylene around the source contributes to the thermalization of neutrons into the formations the water content of which is low. Boron in the coating around the detector is intended to absorb thermal neutrons while the characteristic peak may be used as an indicator of the thermal neutron flux into the formation. The configurations are the same in Peru and Chile, blast hole diameter except: 24 cm in Chile, 11.2 cm in Peru.

5. The achievement of calibration within the case histories

5.1 Borehole logging of SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaCO_3 and SO_3 in limestone intended to cement production

Due to the frequent handling of the probe, the neutron source used for borehole logging must have a relatively low neutron flux (Fig. 2). Actually, 1 μg Cf sources are frequently used for this purpose (1 μg of Cf^{252} emits 2.3×10^6 n/s). On the other hand, the geometry of the formation around the irradiation system promotes the containment of neutrons, and thermal neutrons are all the more overcrowded in the vicinity of the probe as water content is higher.

Since the main peaks in spectra are issuing from Ca and H (Fig. 4), the de-correlation of elementary spectra mainly concerns Si, Fe, Al and S that exhibit clearly visible minimums (Fig. 3(a)). The calibration curves (Fig. 3(b)-(f)) are obtained from the comparison of peak areas to the analysis of cuttings in laboratory. Most of the discrepancies between borehole logging and the reference analysis are due to sampling errors because both methods do not apply on the same support (what the geostatistician name the support effect) and possibly to a poor recovery of samples. Indeed, the analysis of cuttings or cores concerns the material into the borehole whereas the logging investigates a volume around the borehole that is about ten times higher than a core. Another problem occurs in the calibration due to the variation of neutron flux into the formation owing to the variation of water content and, possibly, to the

presence of neutron poisons such as rare earths. So, the calibration equation has to take into account the action of such disturbing effects on the yield of prompt γ rays. Several techniques may be used to normalize peak areas: the use of the peak of boron produced by the n, α reaction when thermal neutrons are absorbed by B^{10} into the coating around the detector (Fig. 2(b)) or the hydrogen peak. The normalization may also be carried out by constraining the sum of the concentration of analysed components to be constant. Here, the sum of the five components remains close to 96% almost everywhere into the quarry, excepted in some particular parts of limestone that underwent metamorphism. Since the present calibration equation does not concern this very particular part of the quarry, the sum of concentrations is constrained in the calibration curves presented in the first column of Fig. 3. The remaining components not analyzed are magnesium carbonate $MgCO_3$ and alkalis.

5.2 Borehole logging of SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SO_3 and Cu in porphyry copper

Here the main peaks are produced by H, Si and Fe (Fig. 4) and, consequently, mainly the calibration curves of Al and Cu are sensitive to the lower limit s_l of spectra in the Fourier space in (18), all the more as the main peaks of the spectra of Fe, Al and Cu are overlapped (Fig. 1). As in the previous case history, the formation is located in an arid area and, consequently, water content is low (a few percent), which is not favourable to the containment of thermal neutrons around the probe. Moreover, fast neutrons that interact with the detector induce a high background. The discrepancies between the reference and the estimated concentrations are mainly due to the support effect (Fig. 3), especially SiO_2 , Al_2O_3 and SO_3 . In order to take into account inter-element effects along the boreholes peak areas of H, Si and Al are used in the calibration Eq. (16).

5.3 On-line analysis on conveyor belt of SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , SO_3 and Cu in porphyry copper

On-line analysis requires higher neutron fluxes because the geometry of the equipment is not favourable to the overcrowding of neutrons into the raw material to be analysed.

Therefore, the thickness of the material on the conveyor is generally lower than the free mean path of fast neutrons and both moderator and neutron reflectors are required to increase the yield of γ rays issuing from neutron reactions into the material (Fig. 2). Another specificity of the on-line analysis for process control is the shortness of the sampling rate while the accuracy of analyses determines the efficiency of the control. In the present process the thickness of the material on the belt varies significantly and this disturbing effect is taken into account into the calibration equation from the H peak that reflects the shielding capacity of the material layer. Indeed, the thicker the layer the weaker the H peak produced by neutrons that are absorbed in polyethylene around the detectors.

The calibration is carried out from simulated complex spectra after the source activity and the resolution of detectors were determined from a benchmark experiment for which the composition of the material, its thickness on the conveyor and its density were controlled. Here again, mainly Al and Cu exhibit minimums in Fig. 3(m), showing the estimated standard deviations according to the lower limit s_l of spectra in the Fourier space. Discrepancies between reference and estimated concentrations are lower than in the previous case histories since here the accuracy of Monte Carlo calculations is tightly controlled. The re-sampling of spectra is used for stabilizing the gain of the spectrometer by minimizing the discrepancies between the experimental spectrum and the spectrum reconstructed from the linear combination of elementary spectra, parameter adjustment being the offset and the conversion gain of the virtual ADC.

5.4 On-line analysis on conveyor belt of ash and sulphur in coal

Here again the calibration is achieved from simulated spectra (Fig. 3(s)-(x)). The spectra mainly exhibit H, C, Si and Fe peaks (Fig. 4(g) and (h)). H peak results from the shielding and the volatiles in ash. Carbon peaks are produced both by neutron capture (4.945 Mev) and inelastic scattering of neutrons (4.439 Mev) in coal. Carbon peaks are used for gain stabilization whereas this function was performed from the H peak in

the previous case history. They are also used to take into account the variations of the thickness of coal on the belt. Due to the presence of C peaks in the vicinity of Si, S

and Al peaks, the sensitivity of standard deviations to the lower limit s_l of spectra in the Fourier space is outstanding (Fig. 3(s)).

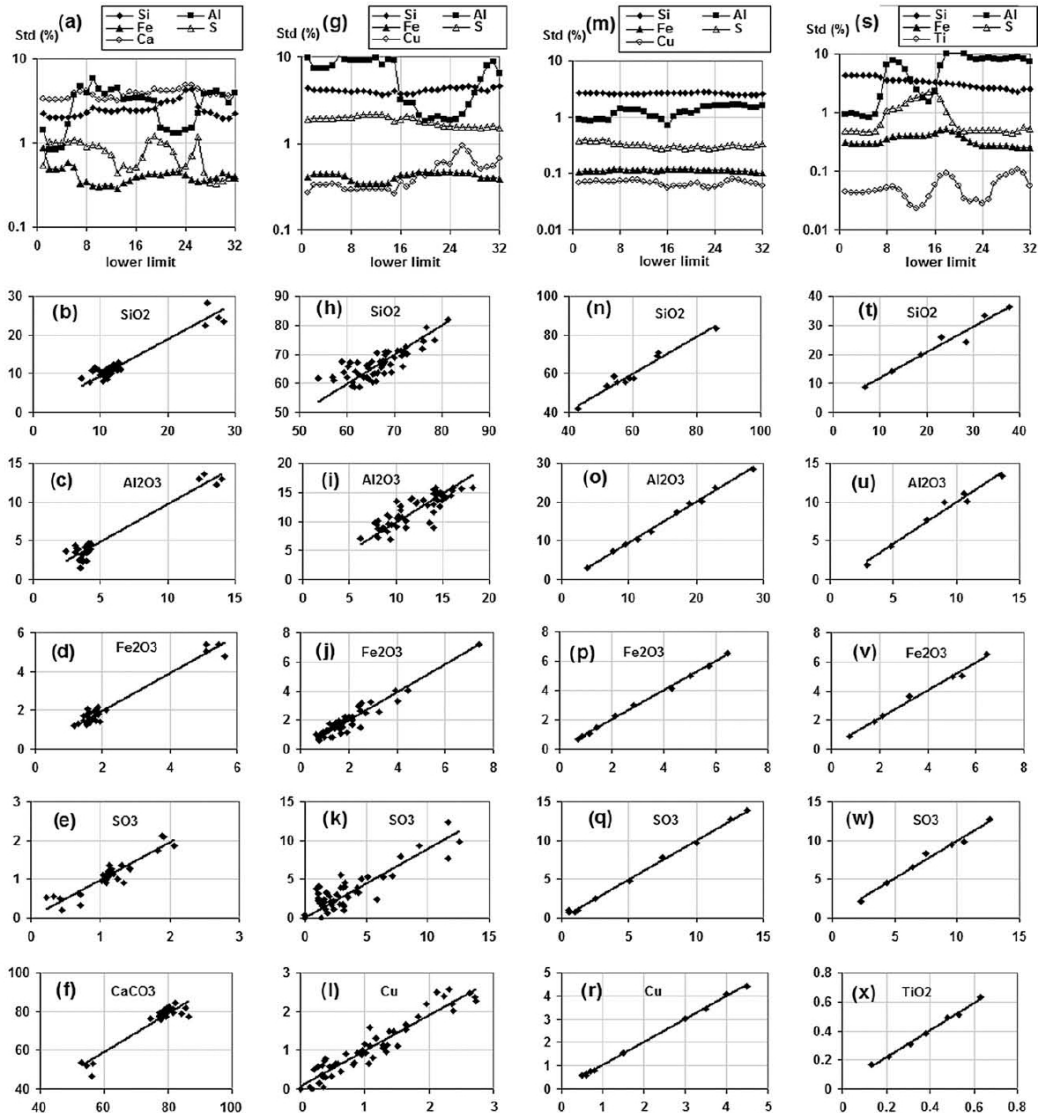


Figure 3. Optimization of the lower limits s_l of spectra in the Fourier space. The four columns are referring to the four case stories, namely borehole logging in limestone (Peru) and in copper ore (Chile), on-line analysis of copper ore (Chile) and ash content in coal (Colombia) – (a), (g), (m), (s) the standard deviations versus the lower limit s_l of spectra in the Fourier space – (b-f), (h-l), (n-r) and (t-x) the corresponding calibration curves.

6. Results and discussion

In Table 2 are quantified the effective random errors that result from the propagation of Poissonian errors related to the counts when interferences are processed (10). They are compared to the theoretical random errors (1), both being obtained in standard conditions. Effective random errors

are much lower than the discrepancies observed for the calibration, which are quantified from the standard deviations at the minimum of the curves in Fig. 3(a), (g), (m), and (s). This observation suggests that the discrepancies mainly reflect systematic errors. Nevertheless, the de-correlation of elementary spectra in the Fourier space

obtained from the lower limit s_l of spectra in the Fourier space that minimizes the standard deviation (18) operates efficiently. Indeed, the effective random errors are hardly higher than the theoretical random errors for Fe_2O_3 and SO_3 . When significant overlapping of characteristic peaks occurs, the effective

random errors increase in comparison with the theoretical errors, all the more as the overlapping is more severe. In presence of Fe and Cu, the effective errors related to Al_2O_3 may be three times higher than the theoretical errors as occurs for borehole logging in porphyry copper.

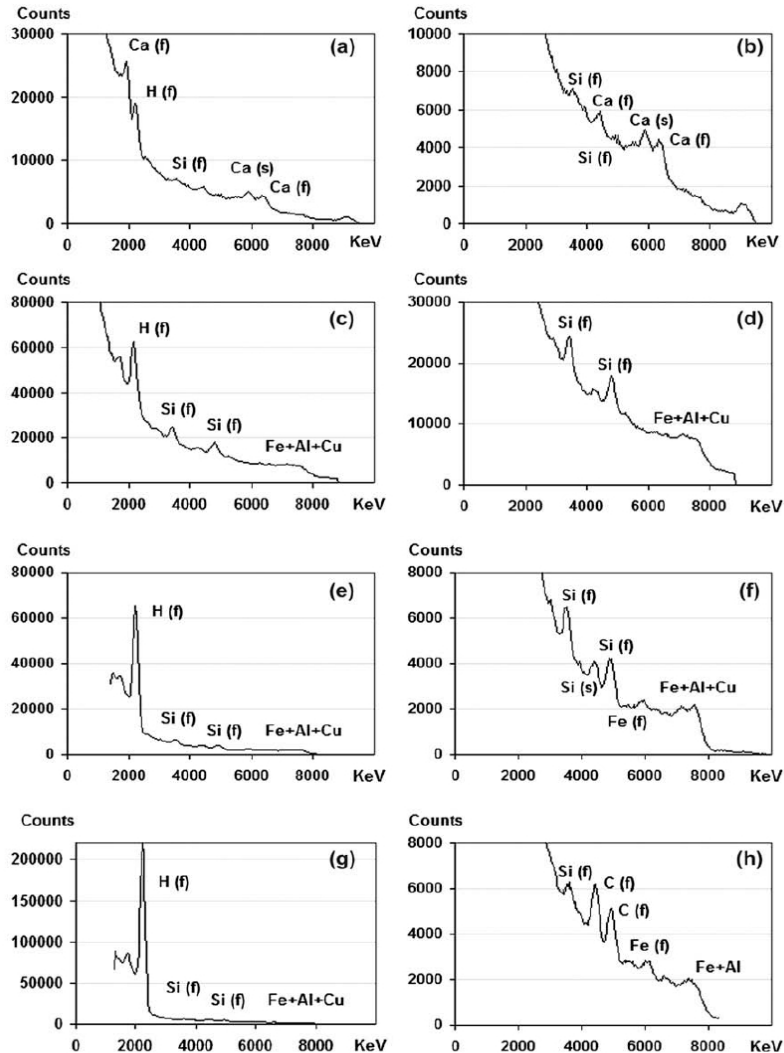


Figure 4. Representative spectra obtained within the four case stories- (a) and (b) borehole logging in limestone, Peru: borehole 489- (c) and (d) borehole logging in porphyry copper, Chile: borehole 2001 – (e) and (f) on-line analysis of porphyry copper, Chile: 11 June 2001 16:16 – (g) and (h) on-line analysis of ash in coal, Colombia: 19 June 2002 18:38.

Nevertheless, this increase in the random errors is low in comparison with the propagation of errors that occur when classical methods based on the linear combination of relevant regions of the spectrum are used to remove interferences. For example, the effective random error

related to Al_2O_3 in ash as shown in Table 2(d) would be 3.12%, i.e. 4 times the theoretical error, if the contribution of Fe in the multiplet resulting from both Fe peaks (7.63 and 7.65 Mev) and Al peak (7.72 Mev) was subtracted by using the Fe peaks at 5.92 and 6.02 Mev that are free of interference (Fig. 4(f)).

Table 2. The standard deviations of concentrations are represented for standard conditions: specifications of the systems are represented in Fig. 2 – (a) and (b) borehole logging with a 1 lg Cf source, acquisition time is 300 s – (c) and (d) on-line analysis with a 20 lg Cf source, acquisition time is 300 s. Theoretical standard deviations are calculated from (1) and the effective standard deviations are calculated from (10).

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	CaCO ₃
(a)					
Theoretical limit	0,29	0,34	0,04	0,14	0,29
Effective	0,49	0,41	0,09	0,21	0,60
Typical concentration	11	4	2	1	78
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Cu
(b)					
Theoretical limit	0,45	0,54	0,04	0,22	0,04
Effective	0,72	1,78	0,04	0,27	0,13
Typical concentration	70	10	0,50	2,50	2
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Cu
(c)					
Theoretical limit	0,42	0,65	0,05	0,22	0,02
Effective	0,55	1,32	0,08	0,26	0,06
Typical concentration	58	10	6	5	3
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	TiO ₂
(d)					
Theoretical limit	0,62	0,72	0,04	0,31	0,02
Effective	0,72	0,89	0,04	0,33	0,02
Typical concentration	12	2	1	4	0,20

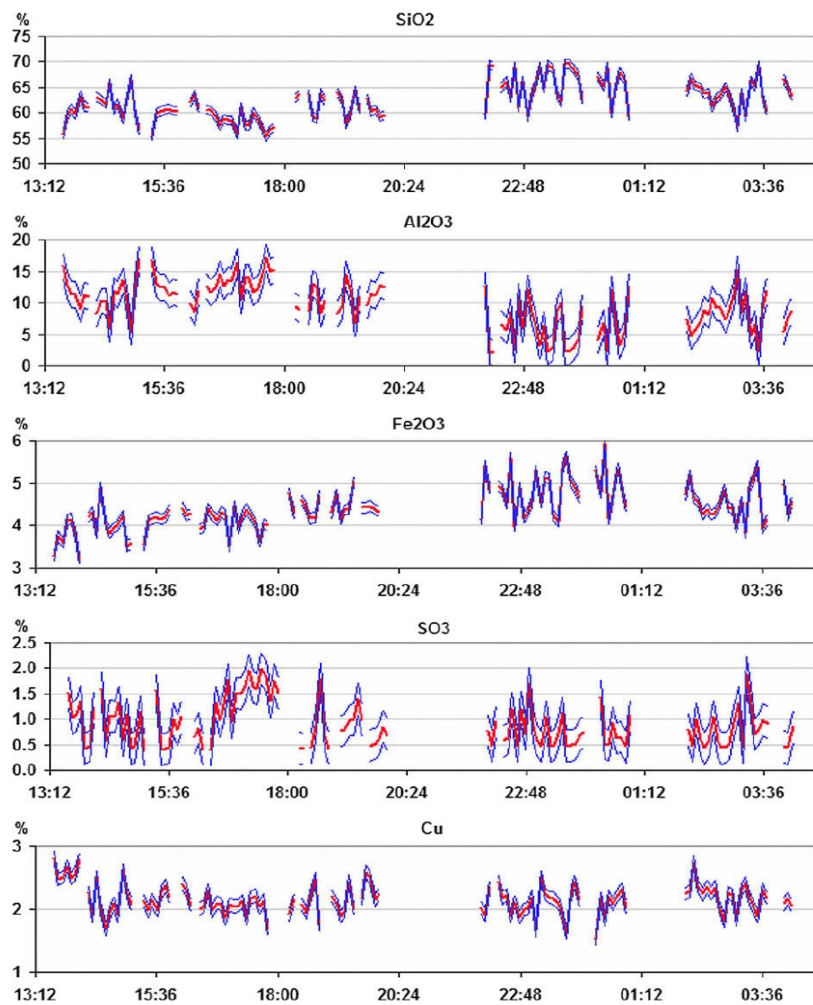


Figure 5. On-line analysis of copper ore in the Chuquicamata mine (Chile, 11–12 June 2001).

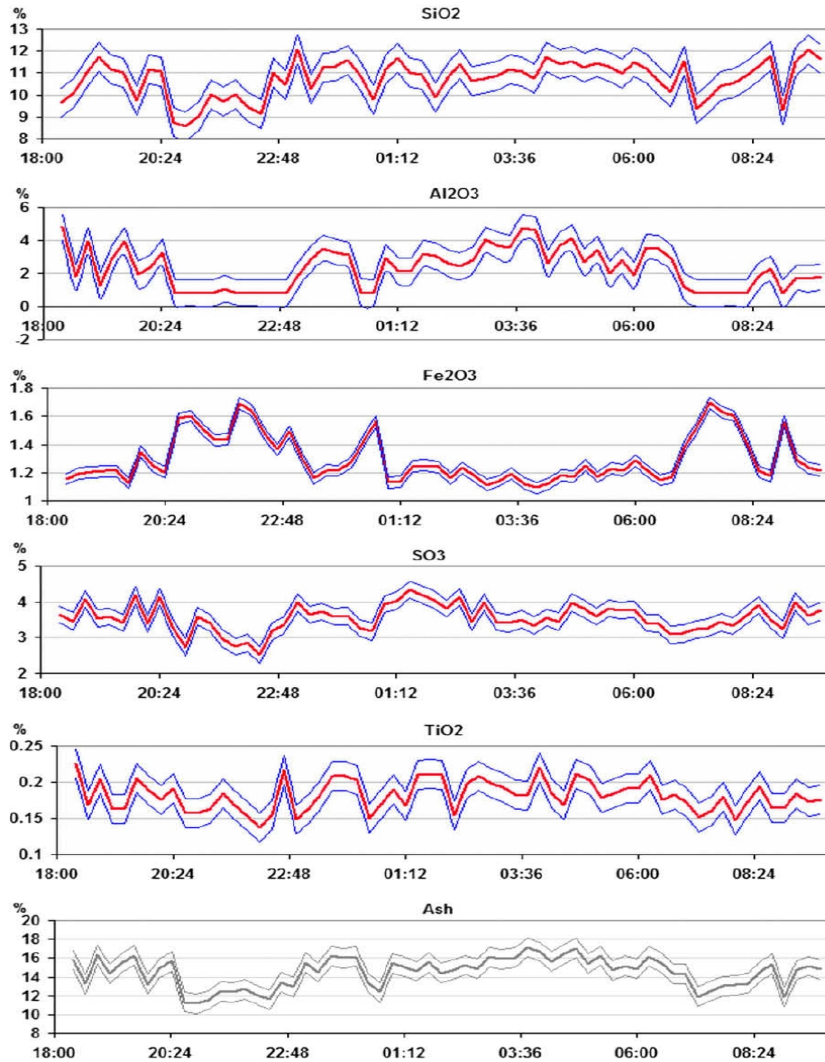


Figure 6. On-line analysis of ash content and sulphur in coal in the steel mill Acerias Paz del Rio (Colombia, 19–20 June 2002).

The application of the method is illustrated in Fig. 5 and Fig. 6 showing sequences of analyses that were performed to demonstrate the feasibility of the on-line analysis of raw materials on conveyor belt while all components of the analyzers are available commercially, which drastically decreases the price of the equipment provided the random errors are minimized to balance the low counting rate.

In Fig. 5 the on-line analysis is performed on a conveyor belt that feeds the beneficiation plant of the Chuquicamata mine and the concentration framed by the standard deviation computed from the propagation of random errors (10) is represented (specifications are shown in Table 1). The

standard deviation deduced from the short term variance of the series, i.e.

$$\frac{5}{4N} \sum_{i=1, N} (\hat{C}_i - \bar{C}_i)^2 \text{ where } \bar{C}_i \text{ is the mobile}$$

average of the concentration \hat{C}_i (calculated from 5 values) and N is the number of values are represented in Table 3 as well as standard deviations deduced from (10) and calculated for the actual specifications (Table 1). They are not significantly different for Al_2O_3 and SO_3 while the concentrations of SiO_2 , Fe_2O_3 and Cu highlights their temporal variability.

In Fig. 6 the on-line analysis of coal is performed on a conveyor belt that feeds the steel mill where the pellets intended to the

blast furnace are prepared. The couples of standard deviations represented in Table 3 show that none of them are significantly different, Fe excepted, which means the accuracy of the analyses mainly allows highlighting long term variability, as shown in Fig. 6. The standard deviations of ash content (the sum of SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ and TiO₂) are very close, too, 1.05% and 1.19% for effective and short term random errors, respectively. Actually, the coal has been homogenized before feeding the plant and mainly long term variations in coal quality are relevant for process control at the input of the steel mill.

Table 3. The standard deviations of concentrations are represented for actual conditions (Table 1) as well as the short term standard deviations – (c and d) are referring to the same case stories than in Table 2.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	Cu
(c)					
Effective	0,90	2,15	0,13	0,43	0,10
short term	2,77	2,95	0,43	0,38	0,23
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SO ₃	TiO ₂
(d)					
Efecctive	0,66	0,82	0,04	0,30	0,02
short term	0,77	0,86	0,12	0,30	0,02

7. Conclusions

The method that is proposed to optimize Gamma spectra processing in PGNA is not new since it has already been presented in [14] and some on-line analyzers are equipped with software based on the separation of elementary spectra in the Fourier space (it seems nothing has yet been published). Nevertheless, some improvements of the method based on the de-correlation of elementary spectra deserve to be known all the more as they allow minimizing the propagation of random errors when multiplets of peaks are separated. This method is valuable for on-line analysis because accuracy determines the efficiency of industrial processes but also for borehole logging to improve accuracy and to allow analysing more elements.

8. Acknowledgments

This work was supported by IAEA projects COL/8/020, CHI 8/024 and PER/1/014. Thanks a lot for the persons who participated

actively to the projects: Felipe Mujica, Neida Heresi and Ivan Piñero (Instituto de Innovación en Minería y Metalurgia SA., Santiago, Chile), Oscar Duran (Comisión Chilena de Energía Nuclear, Santiago, Chile), German Perez, Alberto Bohorques (University of Valle, Cali, Columbia), Jairo Duque (Centro de Investigaciones Nucleares, Bogota, Columbia).

8. References

- [1] S. Weiss E. Gartner., IEEE Transactions on Industry Applications. IA-22 (2) (1986) 324.
- [2] Douglas S, Darrell L. ISA TECH/EXPO Technology Update Conference Proceedings. 1996; 51(2):1231.
- [3] Glorieux G, Lanz V, *et al.* IEEE Cement Industry Technical Conference. (1990) 187.
- [4] Tschudin M, Galdeano V, *et al.* ZKG International, Edition B. 1994;47(3):136.
- [5] R. Steven A. IEEE Cement Industry Technical Conference (1997) 433.
- [6] Leetham D, Ackermann R. World Cement. 2004; 35(11):85.
- [7] Aguilar MO, Ceballos FG, Balboa C. World Cement. 2005; 36(4):17.
- [8] S. Banks, M., Edwards, World Cement, 38 (6) (2007) 51.
- [9] T. Schade, R. Woodward, Instrumentation in the Mining and Metallurgy Industries 12 (1985) 97.
- [10] S.S. Nargawalla, A. Kung, O.J. Legrady, J. Strever, A. Csilag, H.O. Seigel, 1977. Nuclear metalog grade logging in mineral deposits. Proceedings of the IAEA Symposium on Nuclear Techniques, Mineral Resources 1977, Vienna, March 1977, pp. 229.
- [11] M. Borsaru M. Berry, M. Biggs, A. Rojc, Nucl. Instr. And Meth. B 213 (2204) 530.
- [12] J. Charbucinski, J. Malos, A. Rojc, and C. Smith, Appl. Radiat. Isotopes, 59 (2-3) (2003) 197.
- [13] J. Charbucinski and W. Nichols, Appl. Energy, 74 (3) (2003) 313.
- [14] J-L Pinault, Nucl. Instr. and Meth. A 305 (1991) 462.
- [15] Pinault JL, Gâteau C. Nucl. Geophys. 1989; 3(4):487.
- [16] Pinault JL. Nucl. Geophys. 1990; 4(4):443.
- [17] Pinault JL. Nucl. Geophys. 1991; 5(3): 229.

Análisis *in situ* de una cantera de caliza usando análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos

César Zanabria¹, Rafael Medina¹, Leoncio Gilvonio¹, Marco Munive², Oscar Baltuano², José Solís^{2,3,*}

¹ Cementos Lima S.A., Av. Atocongo 1440, Villa María del Triunfo, Lima

² Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima

³ Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupa Amaru 210, Rimac, Lima

Resumen

Se realizó la caracterización *in situ* de las perforaciones de voladura en las canteras de Atocongo y Pucara de Cementos Lima S.A. por análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation, PGNA). Esta técnica muestrea el volumen que esta alrededor de la perforación y provee resultados del análisis en tiempo real y que son representativos. Esta información es útil para determinar el modelo geofísico de la cantera. La técnica PGNA permite obtener resultados de campo de la concentración de determinados elementos de interés tales como el SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO y SO₃. Las pruebas de campo realizadas ha probado que el sistema puede ser de gran utilidad para la caracterización de las canteras de caliza.

Abstract

Using prompt gamma neutron activation (PGNA) *in situ* characterization of blast holes in Atocongo and Pucara open cut mines from Cementos Lima S.A. has been performed. This method collects information about the ore surrounding the bore hole and gives a real time and representative results for a geophysical model of the mine. The PGNA system gives an *in situ* estimation of SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO, and SO₃. The field trials have been proved that the system could be used to characterize the limestone open cut mines.

1. Introducción

Los sondeos mecánicos son una herramienta muy importante en la exploración minera, esta técnica permite obtener muestras del subsuelo a diferentes profundidades. Su principal problema es su representatividad y en el mejor de los casos, sondeos con recuperación de testigo continuo al manipularla puede no haberse recuperado completamente. Posteriormente, estas muestras son enviadas al laboratorio para realizar los análisis respectivos usando técnicas como Fluorescencia de Rayos X, Absorción atómica, etc. Esto toma tiempo y puede producirse errores en los resultados como consecuencia de la manipulación de las muestras y debido a que la masa de la muestra analizada es de algunos gramos. No obstante, es la información más valiosa que se dispone sobre la mineralización, mientras no se llegue hasta ella mediante labores mineras. Entre las diferentes técnicas para analizar las perforaciones se tiene que el análisis por activación neutrónica de gammas

inmediatos (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation, PGNA) tiene la capacidad de proporcionar una información cuantitativa "*in-situ*" de la ley de mineral de interés (cobre, carbón, hierro, silicio, etc.) en tiempo real y en función de la profundidad de la perforación [1-3]. Esta información no es posible obtener mediante el análisis convencional de las perforaciones y podría ayudar a conocer mejor la distribución del mineral en la cantera y mejorar la planificación de la extracción de la misma.

Esta técnica nuclear de análisis elemental es no destructivo. Para este análisis el material se expone a un flujo de neutrones y como los neutrones carecen de carga eléctrica no sufren la acción de campos eléctricos ni magnéticos, por eso son capaces de atravesar grandes espesores del material. Cuando un neutrón choca con un átomo le cede parte de su energía mediante la acción de choques elásticos (se conserva la energía del sistema)

* Correspondencia autor: jsolis@ipen.gob.pe

e inelásticos (la energía del sistema se convierte en excitación interna del núcleo). Una fuente de neutrones (^{252}Cf) emite neutrones rápidos, los cuales son frenados por los múltiples choques elásticos hasta alcanzar una energía de 0.025 eV, estos neutrones son conocidos como neutrones térmicos. La reacción mas probable que se produzca entre los neutrones térmicos y los núcleos es la captura neutrónica con la producción de un fotón gamma, donde el neutrón es absorbido por el núcleo produciendo un isótopo diferente (ver Fig. 1). El núcleo excitado emite una radiación gamma de alta energía al retornar a un estado de equilibrio [5].

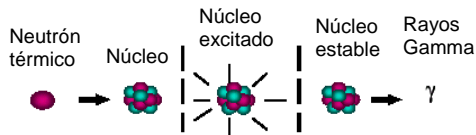
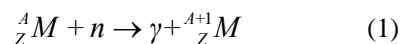


Figura 1. Esquema de la reacción nuclear de captura neutrónica [4].

La energía de la radiación gamma es específica al núcleo y el tipo de reacción nuclear. Si la intensidad y la energía se mide con un detector espectrométrico, entonces se puede determinar el elemento y la cantidad del mismo presente en la muestra. Los rayos gamma emitidos pueden ser clasificados como inmediatos, o retardados provenientes del decaimiento de la radioactividad inducida según el tiempo de vida media de la desintegración. La radiación gamma inmediata tiene una vida media de aproximadamente 10^{-13} s, mientras que la radiación gamma retardada se produce por el decaimiento radiactivo del isótopo excitado con un periodo de semidesintegración del orden de segundos u horas, dependiendo del elemento. La reacción nuclear de captura neutrónica se expresa por:



La técnica PGNAA es de rápida respuesta ya que los núcleos en estado de excitación presentan una vida media muy corta. Es un método no-destructivo de análisis que presenta una baja actividad residual y es flexible a los requerimientos de las muestras: es decir, la forma química y la geometría de la muestra son relativamente irrelevantes.

Cuando los neutrones térmicos interactúan con un elemento de volumen, dV , del núcleo de un elemento x que tiene una sección eficaz de captura neutrónica macroscópica, Σ_x , entonces la probabilidad de que el fotón gamma producido sea detectado por el detector en la sonda sin dispersión esta determinado por la distancia que hay entre dV y el detector, y el coeficiente de atenuación del la roca para la radiación gamma. El efecto total en ausencia de interferencia en la perforación se obtiene por la integración del elemento de volumen sobre una esfera de influencia, V , del sistema detector-fuente de neutrones:

$$I_\gamma(l) = Q \Sigma_x / \Sigma_r F(l, L_s, L, \mu_r) \quad (2)$$

donde $I_\gamma(l)$ es la intensidad de la radiación gamma neta a una distancia, l , de la fuente al detector en la sonda, Q es el flujo de neutrones térmicos, Σ_r es la sección eficaz de captura neutrónica macroscópica de la roca, y F es una función de l , los parámetros neutrónicos L , L_s y del coeficiente de atenuación lineal, μ_r , de la roca para la radiación gamma. Usando el análisis regresional se puede seleccionar un modelo que puede usarse como una aproximación para una función de respuesta muy compleja. Esta técnica ha encontrado aplicaciones en sistemas de medida en línea y en el campo para determinar la calidad de la materia prima en la industria minera, también existen aplicaciones médicas, etc.

Este método debido a que muestrea un gran volumen y provee un análisis en tiempo real es particularmente útil para el monitoreo geofísico en la producción de perforaciones de exploración y de voladura. La técnica PGNAA puede ser usado en las canteras de caliza debido a que las secciones eficaces de captura de los elementos mayoritarios de la caliza son apreciables (Tabla 1).

Existen analizadores elementales comerciales en línea basados en la técnica PGNAA para el análisis de la materia prima que se usan en diferentes partes del proceso en una fábrica de cemento [4]. Sin embargo, no existen trabajos sobre el uso de la técnica PGNAA para la caracterización de la caliza en cantera. En el presente trabajo se ha explorado la aplicación del análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos en las canteras de Atocongo y Pucara de Cementos

Lima S.A. Esta técnica ha logrado dar resultados de campo de la concentración de determinados elementos de interés (SiO_2 , SO_3 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , y CaO) para la industria cementera lo cual puede reducir los costos de producción.

Tabla 1. Energía de la radiación Gamma emitida y sensibilidad para la captura neutrónica de algunos elementos.

Elemento	E_γ (MeV)	Sensibilidad
Al	7.72	0.18
Si	4.93	0.40
Ca	6.42	0.30
H	2.23	33
S	5.42	0.68
	7.41	8.0
Cl	6.62	9.4
	6.11	15
Ti	6.76	6.9
	6.42	4.6
V	7.16	1.4
	6.52	1.8
Cr	8.88	1.4
	7.94	0.68
Mn	7.24	2.9
	7.6	2.7
Fe	7.64	1.2
Ni	9.00	3.2
	8.53	1.5
Cu	7.92	1.7
	7.64	0.88
Cd	5.84	75
Gd	6.75	328
Hf	5.72	1.3
Hg	5.97	29

2. Experimental

Para las medidas PGNAA de campo se utilizó el sistema SIROLOG de CSIRO, Exploration and mining, Australia, y consta básicamente de una sonda de medida, un cable de acero inoxidable que se conecta a una interfase, un sistema motorizado para introducir y retirar la sonda de una perforación y todo el sistema esta controlado por una computadora portátil. La Figura 2 muestra el esquema del sistema SIROLOG. El radio de acción de los neutrones térmicos es alrededor de 0.4 m. La sonda de medida es de 70 mm de diámetro y 1.5 m de longitud, y consta de una fuente de neutrones de ^{252}Cf de 51 MBq, un cristal $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO) como detector de rayos gamma junto a un

fotomultiplicador y el respectivo blindaje. El detector BGO y la fuente de neutrones están separados por un blindaje de plomo y polietileno de alta densidad. Como la captura neutrónica se produce con neutrones térmicos, estos son termalizados por el polietileno de alta densidad debido a su alto contenido de hidrógeno. El pico de hidrógeno a 2.23 MeV se usa para la estabilización de la ganancia de la sonda. Adicionalmente, el detector BGO esta cubierto con un cilindro de aluminio recubierto con B^{10} que blindo el detector de los neutrones térmicos. La electrónica necesaria para la medida espectral de la radiación gamma esta contenida junto al detector dentro de la sonda.

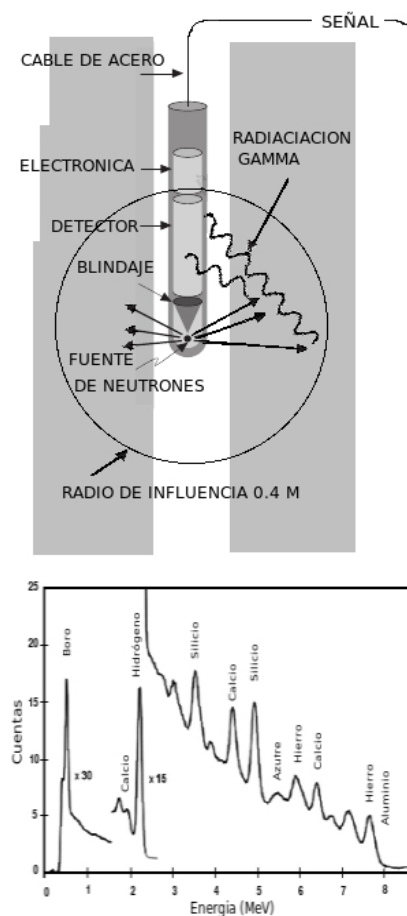


Figura 2. Esquema del sistema de análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos SIROLOG.

El sistema está basado en la tecnología de cable simple que usa un conductor común para la comunicación y la alimentación de la sonda. Todo el sistema funciona con una batería de 12 V. El cable de acero inoxidable provee la línea de transmisión y el sistema de

polea mide la profundidad por medio de un decodificador óptico. El Sistema esta conectado con un cable de acero inoxidable de 450 m, el cual mediante un motor y una polea puede introducir la sonda dentro de la perforación y retirarlo. La señal digital llega a una interfaz electrónica que esta conectada a una computadora portátil. Antes de la medición se introduce la sonda en la perforación hasta el fondo, y para realizar la medición se extrae la sonda y se obtiene un espectro acumulado para cada intervalo de 10 cm. La velocidad de muestreo utilizada fue de 2 m/min. Todo el sistema se puede transportar usando una camioneta y monitorear las perforaciones en la cantera ya que el sistema opera con una batería.

3. Resultados y Discusión

Con la técnica PGNA se pueden analizar la mayoría de los elementos constituyentes de la caliza debido a que el Ca, Si, Fe, Al y S tienen un valor de sección eficaz apreciable de captura neutrónica (Tabla 1). Se realizaron pruebas de banco para determinar la posibilidad de la aplicación del método PGNA para la caracterización de la caliza de las perforaciones de voladura. Estas pruebas se llevaron a cabo en un contenedor con una geometría similar a una perforación de voladura con diferentes grados de caliza. El recipiente se lleno con 800 kg de caliza de una concentración uniforme. La Tabla 2 muestra la composición química de las muestras de caliza utilizadas.

Tabla 2. Composición química de las muestras para las pruebas de banco obtenidas por FRX.

Muestra	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	SO ₃
m1	19,84	8,89	3,58	36,58	1,75
m4	13,68	5,26	2,31	42,23	1,52
m3	9,58	3,51	1,51	45,56	1,07
Gallo	2,59	0,47	0,47	53,10	0,49

Las medidas fueron realizadas para cada muestra con la sonda ubicada en el centro del contenedor y en un tiempo de 10 min. Las regiones de baja y alta energía del espectro obtenido se muestran en la Figura 3. Se observa que los espectros obtenidos son lo suficientemente diferentes con respecto al grado de caliza que garantiza hacer pruebas de campo en las perforaciones de voladura de la cantera de Atocongo. Aquí se presentan los

resultados de la parte experimental, se analiza y discute los mismos frente a otros autores (nacionales o internacionales). Si el trabajo es teórico se analiza y discute los resultados del modelo o la simulación empleada.

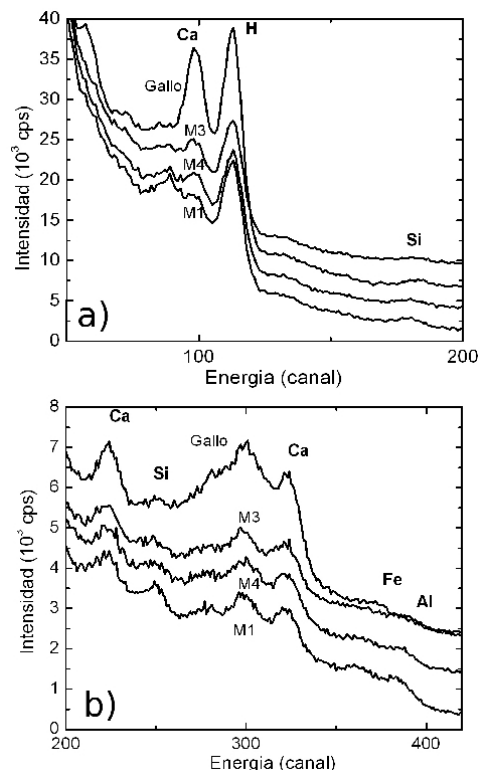


Figura 3. Espectros PGNA de baja (a) y alta energía de muestras en un contenedor de diferentes grados de caliza.

Se realizaron muestreos con el sistema PGNA en 33 perforaciones de voladura en la cantera de Atocongo de Cementos Lima S.A. Las perforaciones fueron seleccionadas para proveer un amplio rango de grado de caliza y usando el procedimiento de rutina de recolección de las muestras se realizaron los análisis por FRX de las mismas perforaciones en el Laboratorio de Control de Calidad de Cementos Lima. Toda la perforación (entre 9 y 13 m) fue analizada con la sonda y se recolectaron espectros PGNA en intervalos de 10 cm. La velocidad de la sonda fue de 2 m/min para tener una buena estadística.

En la Figura 4 se muestran las regiones de baja y alta energía de los espectros para toda la perforación con baja (612 y 606), media (486 y 920) y alta (222 y 232) ley de caliza. Se observa que los espectros se pueden diferenciar fácilmente en función del grado de caliza de la perforación.

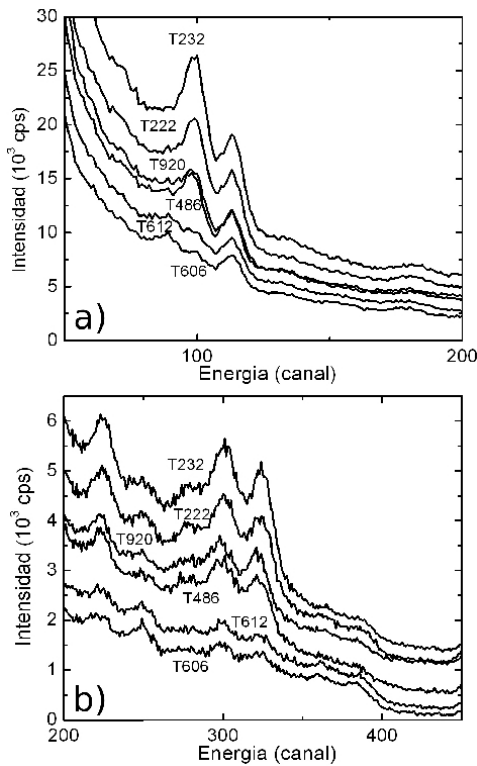


Figura 4. Espectros PGNAA de baja (a) y alta (b) energía correspondientes a diferentes perforaciones de voladura en la cantera de Atocongo.

Para la calibración del sistema se sumó todos los espectros obtenidos para cada perforación y con la ayuda de los resultados del análisis de FRX de cada perforación se procedió a identificar las regiones de interés para cada elemento. Para la normalización de las regiones de interés se tienen los picos del H y B que siempre se tienen presente debido a que el blindaje del detector tiene estos elementos. Las regiones de interés que dieron una buena calibración se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Razones de las regiones de interés del espectro utilizados para las curvas de calibración de la sonda PGNAA.

Razón de la región de interés	elemento
Rat 1 = (310-330)/(16-28)	Ca
Rat 2 = (165-185)/(16-28)	Si
Rat 3 = (370-390)/(16-28)	Fe
Rat 4 = (370-390)/(101-121)	Ca
Rat 5 = (261-281)/(16-28)	S
Rat 6 = (285-305)/(16-28)	Fe

Para obtener la curva de calibración se utilizaron las razones de las regiones de

interés para cada elemento y fueron modelados usando análisis de regresión hasta obtener el mejor ajuste con respecto a los datos de FRX. Las curvas de calibración obtenidas son:

$$\% \text{CaO} = 59.73 + 4461 * \text{Rat 1} - 3519.7 * \text{Rat 2}$$

$$\% \text{SiO}_2 = -4.63 - 5457.4 * \text{Rat 1} + 4137.6 * \text{Rat 2}$$

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = -3.95 + 1777.9 \text{Rat 3}$$

$$\% \text{SO}_3 = -.34 + 27.42 * \text{Rat 4} - 81.24 * \text{Rat 5}$$

$$\% \text{Al}_2\text{O}_3 = -5.18 - 2533.9 * \text{Rat 6} + 2239.8 * \text{Rat 2}$$

Las curvas de calibración tienen sentido físico porque están relacionadas al elemento de interés y debido a que hay una correlación entre determinados elementos en la cantera, por ejemplo en el caso del CaO esta relacionado al Ca y el Si. En la Figura 5 se muestran los resultados de análisis de las perforaciones medidos por FRX y por PGNAA para el CaO y SO₃.

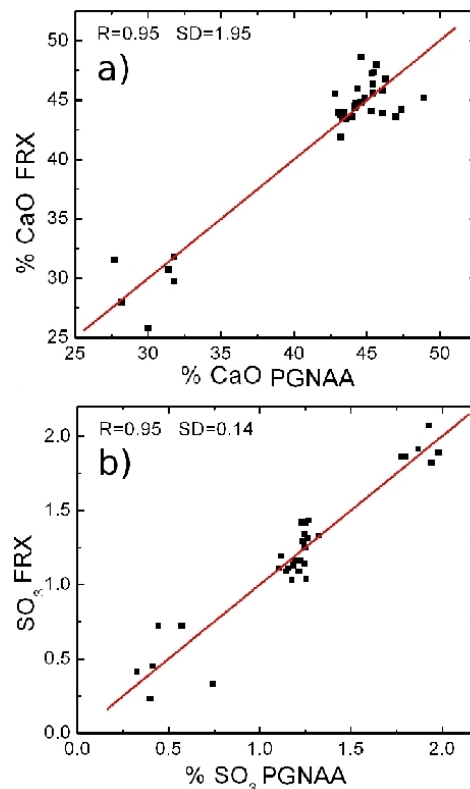


Figura 5. Correlación de las concentraciones de (a) CaO y (b) SO₃ obtenidos por FRX y calculados por PGNAA.

Se observa que hay una buena correlación entre las medidas de FRX y PGNAA para el CaO y SO₃. Curvas de correlación similares se ha obtenido para el SiO₂, Fe₂O₃, y Al₂O₃. Se observa que algunos puntos no tienen

buena correlación debido a que la representatividad de la muestra medida con PGNA y FRX no es la misma. Hay que tener en cuenta el error que se comete al muestrear, ya que el dentrito es de aproximadamente 1000 kg y se tiene que obtener una muestra representativa de unos 200 g. Una vez calibrado el sistema se puede obtener información del grado de la caliza en función de la profundidad en las perforaciones de voladura (Figura 6).

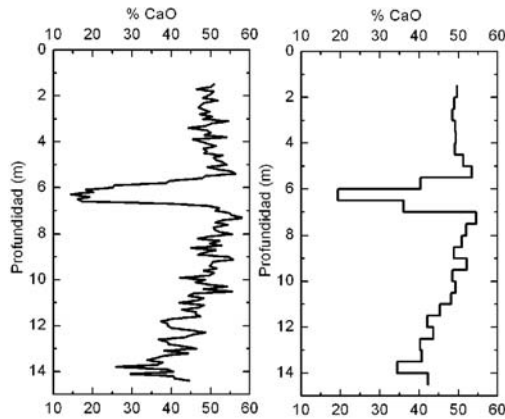


Figura 6. Perfil de la concentración de CaO de las perforación de voladura 204 de la cantera de Atocongo por cada intervalo de 10 cm y 50 cm en función de la profundidad.

El perfil de la concentración por cada 10 cm no es muy representativa debido a que la señal proviene de un radio de 40 cm, por eso se realiza la suma de los espectros cada 50 cm para obtener un perfil semicuantitativo.

Esta información es adicional, debido a que en el análisis tradicional solo se tiene un valor del grado de caliza por cada perforación de voladura.

Usando la curva de calibración se obtuvo el perfil de algunas perforaciones de voladura de la cantera Pucara (Figura 7).

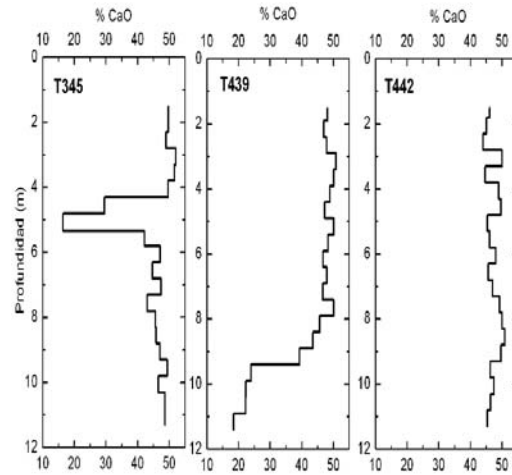


Figura 7. Perfil de la concentración de CaO de las perforaciones de voladura 345, 439 y 442 de la cantera de Pucara en función de la profundidad.

La información del perfil es muy importante cuando la beta es heterogénea, por que el error de muestreo es crítico. Esta información es muy útil para caracterizar la cantera y realizar la proyección del minado de la misma. El perfil de la concentración en función de la profundidad se puede obtener para el CaO, SiO₂, Fe₂O₃ y SO₃ (Figura 8).

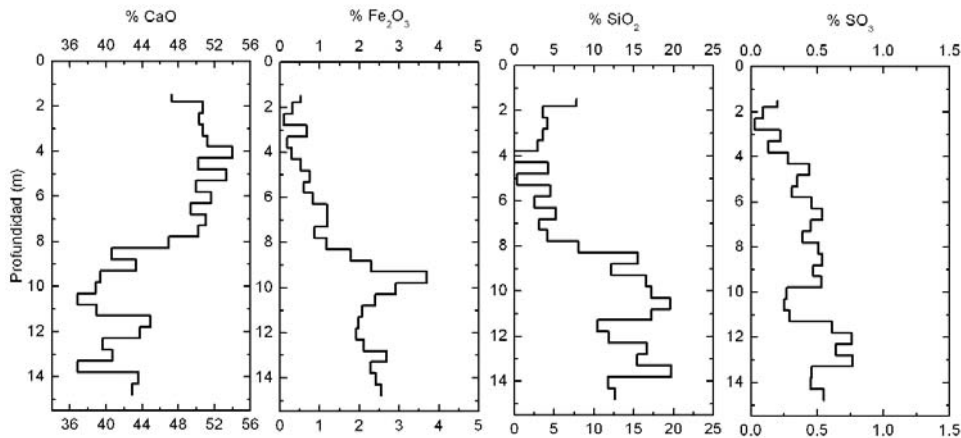


Figura 8. Perfil de las concentraciones de CaO, Fe₂O₃, SiO₂ y SO₃ de la perforación de voladura 232 de la cantera de Atocongo en función de la profundidad.

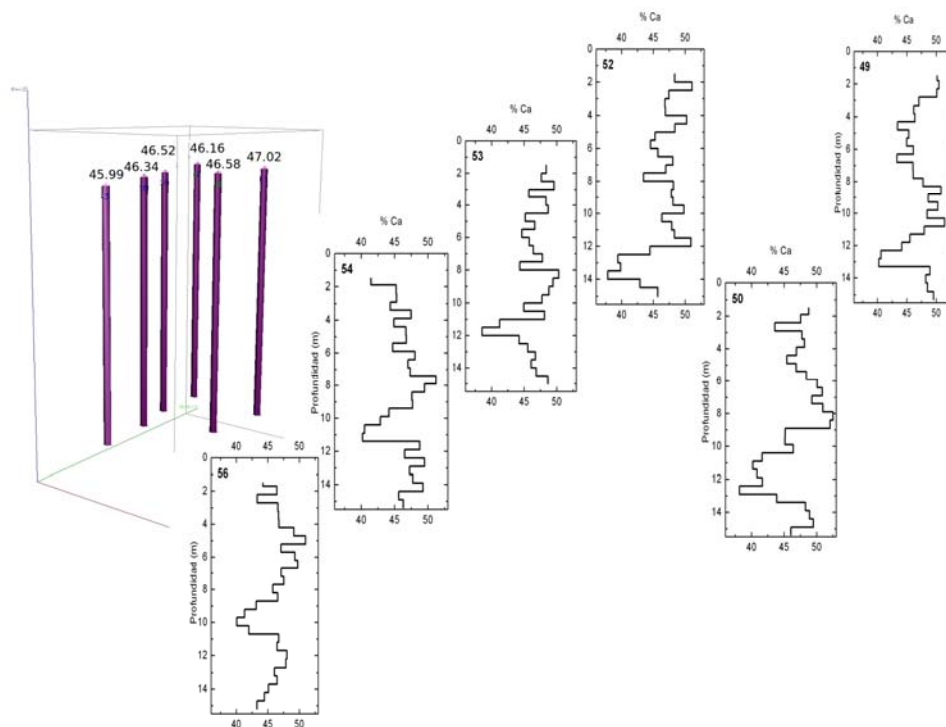


Figura 9. Perfil de las concentraciones de CaO en las perforaciones de voladura del proyecto 2720 de la cantera de Atocongo en función de la profundidad.

Se ha realizado medidas PGNAA de varias perforaciones de voladura de los proyectos 2720 y 2737. En la Figura 9 se observa la variación de la concentración de CaO en función de la profundidad de algunas perforaciones de voladura del proyecto 2720, esta información es muy útil para caracterizar la beta. El perfil de las concentraciones de CaO, SiO₂, Fe₂O₃, SO₃ y Al₂O₃ en la perforación de voladura en función de la profundidad y la concentración de las mismas para la perforación se obtienen inmediatamente de terminada la medición PGNAA.

4. Conclusiones

Los resultados obtenidos en pruebas de campo en la cantera de Atocongo y Pucara ha demostrado la viabilidad de la técnica de PGNAA. Esta técnica puede determinar *in situ* la concentración de varios elementos tales como: CaO, SiO₂, Fe₂O₃, Al₂O₃, y SO₃ en la cantera. El perfil de la concentración del elemento de interés de la perforación en función de la profundidad que se obtiene con esta técnica es una información que permite conocer como es la distribución del mineral

de interés en la cantera y permitirá realizar una mejor proyección de explotación de la cantera. Los resultados que se obtienen son rápidos y prácticamente después de realizar la medición.

5. Agradecimientos

Al Organismo Internacional de Energía Atómica por el financiamiento del proyecto PER/1/014 y al Dr. Jean-Louis Pinault por las discusiones fructíferas sobre la técnica PGNAA.

6. Bibliografía

- [1] Borsaru M, Ceravolo C. Nucl. Geophys. 1994; 8:343-350.
- [2] Charbucinski J, Malos J, Rojc A, Smith C. Applied Radiation and Isotopes. 2003; 59: 197-203.
- [3] Charbucinski J, Nichols W. Applied Energy. 2003; 74:313-322.
- [4] Leetham D, World Cement. 2008 Enero.
- [5] Paul RL, Lindstrom RM. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2000; 243(1):181-189.

Control operacional en medidores nucleares utilizados en minería

Mario Mallaupoma*, Edgard Medina, Bruno Mendoza, Luis Huatay

Instituto Peruano de Energía Nuclear Av. Canadá 1470, San Borja Lima, Perú

Resumen

Los medidores nucleares se instalan a menudo en los centros mineros debido a que resultan sumamente útiles para el control de los procesos de producción. A la vez debido al uso de radiaciones ionizantes resulta necesario implementar las medidas de protección radiológica establecidas en la normativa nacional. Los medidores nucleares se exponen al medio ambiente y a otras condiciones que podrían causar un deterioro de los mecanismos del obturador. Por ello es de particular importancia el mantenimiento regular de las partes móviles. Para estas operaciones resulta de sumo interés conocer los niveles de tasas de dosis que pudieran presentar los diferentes equipos considerando la actividad de las fuentes radiactivas presentes. En el presente trabajo se presentan los valores promedios de los niveles de tasa de dosis medidos en cuarenta equipos medidores nucleares, cuya actividad variaba de 185 MBq (5 mCi) hasta 185 GBq (5000 mCi) ubicados en un centro productivo de la gran minería.

Abstract

Nuclear gauges are often installed in the mines because they are very useful for monitoring production processes. At the same time due to the use of ionizing radiation it is necessary to implement radiation protection measures based on national law. Nuclear gauges are exposed to the environment and other conditions that could cause deterioration of their operational mechanisms. Taking into account this aspect it is of particular importance a regular maintenance of moving parts. Another consideration is the importance of knowing the levels of dose rates in order to implement radiation protection preventive actions. The present report shows the measurement of dose rate in 40 nuclear gauges with activities varying from 185 MBq (5 mCi) to 185 GBq (5000 mCi) in different production process of the great mining.

1. Introducción

Las fuentes radiactivas que se utilizan en los medidores nucleares, en el caso de los emisores gamma, presentan diferentes características en cuanto a su geometría y actividad. La fuente generalmente está trabada dentro de su alojamiento, el cual usualmente es un contenedor blindado y sellado [1].

Los alojamientos de fuentes gamma incorporan normalmente blindaje de plomo diseñado para colimar la radiación en un haz primario y dirigido al material hacia la posición del detector.

El medidor nuclear cuenta con un obturador de manera que la fuente de radiación pueda estar completamente rodeada por el blindaje, cuando no está en uso. A menudo es posible hacer arreglos para que el obturador se cierre automáticamente cuando no haya material frente al medidor. También cuentan con una

indicación clara que muestre si el obturador está en posición cerrado o abierto.

Teniendo en cuenta los aspectos operacionales y de mantenimiento, resulta importante conocer los niveles de tasa de dosis de los respectivos medidores nucleares como parte de las medidas a adoptar y que conlleven a la optimización de las dosis que pudiera recibir el personal operador.

Durante la operación de los diferentes tipos de medidores nucleares se deben tomar precauciones adecuadas teniendo en cuenta los principios básicos de la protección radiológica. En este caso, a pesar que los niveles de tasas de dosis pudieran arrojar un valor bajo, no se debe dejar de considerar el principio de optimización a fin de reducir los niveles de dosis al valor más bajo posible de alcanzar [2].

* Correspondencia autor: mmallaupoma@ipen.gob.pe

Por lo general, una de las preguntas que se suele realizar es a cerca del nivel de riesgo que presentan los diferentes medidores nucleares y cuáles son los riesgos a los que está expuesto el personal operador. A fin de dar respuesta a estas interrogantes es que se consideró por conveniente desarrollar un trabajo de control operacional para los diferentes medidores nucleares conteniendo fuentes radiactivas, de cesio-137 con diferentes niveles de actividad.

En el presente estudio se analizaron medidores nucleares fijos utilizados para control de procesos de producción en la industria minera.

2. Aspectos técnicos

Un aspecto medular lo constituye la necesidad de conocer los niveles de tasa de dosis que pudieran tener las fuentes radiactivas utilizadas en los medidores nucleares, en sus múltiples aplicaciones, a fin de establecer las correspondientes medidas de seguridad.



Figura 1. Operación de mantenimiento preventivo.

2.1 Consideraciones operacionales

Las operaciones de producción en los centros mineros, generalmente automatizados, requieren ser supervisados constantemente para comprobar la calidad de los productos y el control de los procesos de producción. Ese proceso de control es realizado a menudo utilizando medidores nucleares que utilizan la propiedad de las radiaciones ionizantes. Las ventajas que presentan estos equipos son que no requieren estar en contacto con el material examinado y por ello pueden ser utilizados como un monitor de la producción en procesos de alta velocidad, en materiales de

temperatura muy alta o que contengan propiedades químicas tóxicas. Sin embargo, el uso de las radiaciones ionizantes exige que se cumplan con normas nacionales de protección radiológica. Estos equipos requieren ser revisados periódicamente (Figura 1).

De igual manera, se requiere verificar los niveles de tasa de dosis que puedan tener considerando los niveles de tasa de dosis cuando fueron instalados (Figuras 2 y 3).



Figura 2. Verificación de tasa de dosis en contacto.



Figura 3. Verificación de tasa de dosis a 1 metro.

3. Metodología

La metodología empleada consideró los siguientes aspectos:

3.1 Equipos y material utilizado

Durante el control operacional se utilizaron monitores de radiación, con certificados de calibración vigentes: Un monitor de radiación marca Eurisys, modelo Radiogem Serie 1596; un monitor de radiación marca FAG modelo FH 40, serie 5829; 04 dosímetros marca Aloka, series 81637, 81645, 81632 y 81636.

3.2 Procedimiento utilizado

Se tuvo en cuenta las consideraciones de buenas prácticas de seguridad industrial y seguridad radiológica. Las prácticas de seguridad industrial resultan ser muy importantes, máxime teniendo en cuenta que los equipos medidores nucleares generalmente están ubicados a alturas muy variables, *in situ* donde se realizan los diferentes procesos productivos y que pueden alcanzar alturas de hasta 100 metros.

Los medidores nucleares están distribuidos en varios puntos de los procesos de producción y utilizan diferentes actividades según el tipo de proceso a realizar. En las figuras 4, 5 y 6 se indican estos procesos con la indicación de la actividad de las fuentes radiactivas.



Figura 4. Medidor nuclear ubicado en zona de rebose de ciclón (fuente: Cs-137 de 5 mCi).



Figura 5. Medidor nuclear ubicado en zona de Concentrado a granel (fuente: Cs-137 de 50 mCi).

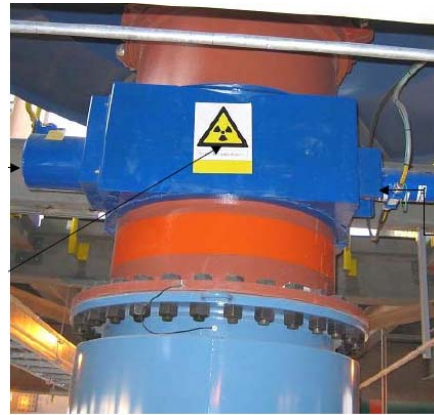


Figura 6. Medidor nuclear en zona de espesamiento de minerales (fuente: Cs-137 de 5000 mCi).

4. Resultado y discusión

El estudio permite identificar los procesos de producción en centros mineros con las características propias de los medidores nucleares utilizados.

Considerando que el parámetro de medición está estrechamente relacionado con la densidad de los materiales, se puede observar que las fuentes de mayor actividad son utilizadas para los procesos donde la muestra a analizar presenta una mayor densidad.

Los resultados de las mediciones de tasas de dosis para los diferentes medidores nucleares, ubicados en los diferentes procesos de producción en instalaciones mineras, se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1. Tasas de dosis de medidores nucleares.

Radioisótopo	Actividad		Tasa de dosis ($\mu\text{Sv/h}$)		
	mCi	GBq	Contacto	10 cm	30 cm
Cs-137	5 000	185	1100	60	19
Cs-137	50	1,850	530	45	--
Cs-137	20	0,740	220	39	8
Cs-137	10	0,370	120	21	5
Cs-137	5	0,185	50	10	2

Según los resultados obtenidos las mayores tasas de dosis se presentan en los casos de los equipos que contienen fuente de cesio-137 de mayor actividad. La mayor tasa de dosis en contacto con el medidor nuclear corresponde al equipo que tiene una fuente de cesio-137 de 185 GBq (5000 mCi) [3].

Considerando que buena parte de los medidores nucleares se encuentran ubicados a alturas mayores a los 3 metros de la superficie, no representan mayores riesgos para el personal que transita por debajo de ellas; sin embargo, deberá ponerse los mayores cuidados operacionales para las fuentes de mayor actividad que se encuentran a alturas de 1 metro.

5. Conclusiones

Los niveles de tasas de dosis obtenidos en contacto así como a diez centímetros, de los medidores nucleares, muestran que el respectivo trabajo de control operacional debe ser desarrollado por personal debidamente entrenado y calificado, puesto que podría conllevar a un incremento sustantivo de los riesgos de efectos estocásticos si no se aplican adecuadamente los parámetros de tiempo, distancia y blindaje, para reducir dosis por irradiación externa.

Las mediciones realizadas muestran información de campo sobre tasa de dosis promedio para más de 40 medidores nucleares de la marca OHMART, lo cual

constituye un primer trabajo de esta característica en nuestro país.

Las tasas de dosis medidas, para los diferentes tipos de medidores nucleares, han permitido definir las zonas controladas y supervisadas, mejorando las condiciones de seguridad y la aplicación del principio de optimización.

6. Bibliografía

- [1] Internacional Atomic Energy Agency. Identification of radioactive sources and devices. IAEA Nuclear Security Series No. 5. Technical Guidance, Reference manual. Vienna: Austria; 2007.
- [2] International Atomic Energy Agency. International basic safety standards for protection against ionizing radiation and for the safety of radiation sources. Safety Series No. 115. Vienna: Austria; 1996.
- [3] Medina Flores E. Instalación de medidores nucleares en centro minero. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Dirección General de Seguridad Radiológica. [Informe Interno]. Lima: Perú; 2008.

Diseño de un almacén centralizado para medidores nucleares en la gran minería que permita cumplir la norma ISO 14000

Mario Mallaupoma^{1,*}, Javier Gago²

¹ Dirección de Servicios, Instituto Peruano de Energía Nuclear Av. Canadá 1470, San Borja Lima, Perú

² Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

En este artículo se presenta el diseño de un almacén centralizado para fuentes radiactivas que se utilizan en un centro minero. Las características y aspectos técnicos son aplicables a todo almacén de fuentes radiactivas pudiendo variar las dimensiones del correspondiente almacén.

Abstract

This paper presents the design of a centralizing storage for a mining center which storage a large amount of nuclear gauges. The characteristics and technical aspects are applicable to every storage of nuclear gauges; nevertheless, the storage size must be taken into account according to the inventory that considers the activity and the volume of all the nuclear gauges in the facility.

1. Introducción

La denominada gran minería hace uso intensivo de los medidores nucleares, que contienen fuentes radiactivas y son utilizadas en los procesos de producción. Estos centros mineros importantes tienen entre 40 a 100 medidores nucleares y requieren contar con un almacén donde se pueden guardar teniendo en cuenta las consideraciones de seguridad radiológica y seguridad física. Las exigencias son el cumplimiento del Reglamento de Protección Radiológica pero a la vez las exigencias adicionales de las normas ISO 14000.

La función de un almacén en un centro minero es la de almacenar en forma segura los medidores nucleares aun no instaladas, sin operación, con fallas o los que han cumplido su vida útil y están a la espera de ser confinados como desechos radiactivos. La mayor demanda de almacenamiento ocurre cuando los medidores nucleares van a ser colocados en los procesos de producción pero que temporalmente son almacenados en forma conjunta. En este caso se deben observar las medidas de seguridad.

Como los centros mineros aplican también a las normas ISO 9000 así como a la ISO 14000 [1], se les exige medidas adicionales a las recomendadas por el reglamento de protección radiológica [2]. Por ejemplo, la

capacidad del almacén debe albergar a todo el inventario de material radiactivo una vez que cesen las operaciones de la planta. Por esta razón, se tiene que construir almacenes flexibles que permitan cumplir con las exigencias técnicas, de seguridad y de gestión administrativa.

Las fuentes utilizadas son diversas y pueden ser de iridio-192, cesio-137, cobalto-60 o fuentes emisoras de neutrones. El volumen promedio de las fuentes radiactivas puede ser de 1 a 10 litros de capacidad. Por eso si estas fuentes no son almacenadas adecuadamente se corre el riesgo que se pierdan o que no se apliquen las normas de protección radiológica.

Los medidores nucleares que se utilizan en los centros mineros presentan diferentes características en cuanto a su actividad, tipo de blindaje, peso, volumen y tasas de dosis que pudieran presentar tanto en contacto, como a un metro de distancia con respecto a la superficie externa del bulto[3]. Se entiende por bulto al conjunto de la fuente radiactiva y su blindaje. En la Figura 1 y 2 se observan los diferentes tipos de medidores nucleares utilizados en minería [4].

* Correspondencia autor: mmallaupoma@ipen.gob.pe



Figura 1. Fuente radiactiva a ser instalada.



Figura 2. Fuentes radiactivas en desuso.

2. Metodología

Para el diseño del almacén centralizado se ha tenido en cuenta las consideraciones de ingeniería, las características de los medidores nucleares y las fuentes radiactivas utilizados en los procesos de producción en los centros mineros [5].

2.1 Requisitos de diseño

El diseño debe ser simple y seguro. Deberá considerar las propiedades y el inventario total de equipos conteniendo material radiactivo, así como los riesgos potenciales del material almacenado. De igual manera, el diseño debe considerar la vida útil de operación del centro minero [6].

El área donde se construya el almacén debe tener acceso restringido o estar alejado del tránsito regular de personas (Figura 3).



Figura 3. Vista lateral de almacén de fuentes radiactivas.

La ubicación debe considerar un nivel apropiado de seguridad física; por ejemplo, una entrada única, construcción robusta, cerco perimétrico (Figura 4).



Figura 4. Pared lateral de almacén y cerco metálico perimétrico.

La localización del almacén debe ser específica para los materiales radiactivos y no colocar materiales inflamables, ni productos químicos o gases comprimidos. Además, la localización debe facilitar el ingreso y retiro de los materiales radiactivos.

El diseño también debe de considerar los usos futuros, así como la etapa de cierre del almacén.

Debe estar construido con material noble, de concreto. La puerta debe ser segura y de alta resistencia, considerando el material de plomo si se requiere blindaje (Figura 5).



Figura 5. Puerta con blindaje de plomo.

Las paredes laterales deberán ser construidas con concreto puro. En su interior deberá tener un andamio de madera con diferentes niveles donde se puedan ubicar todo el inventario radiactivo que posee el asiento minero (Figura 6).



Figura 6. Ubicación de medidores nucleares al interior del almacén.

El almacén o bunker está considerada como un área controlada, desde el punto de vista de la protección radiológica; por lo tanto, su acceso está restringido solo a personal autorizado, que deberá actuar dentro del mismo, cumpliendo las normas de protección radiológica respectiva. En la Figura 7 se aprecian la vista frontal, lateral, superior e isométrico del almacén.

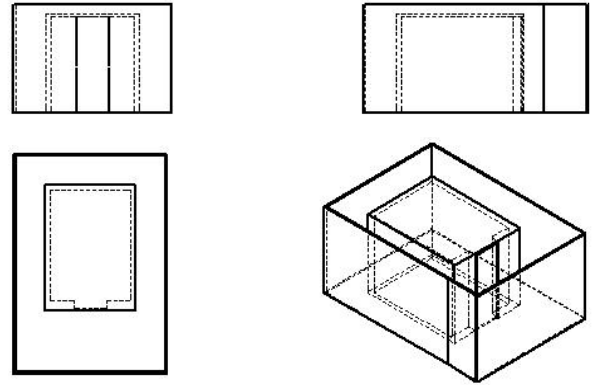


Figura 7. Diagrama de almacén (vista frontal, lateral, superior e isométrico).

Los aspectos técnicos de diseño indicados permiten cumplir las exigencias regulatorias y normativas de la Ley 28028 y de su Reglamento aprobado por Decreto Supremo No.0039-2008-EM. De igual manera, permite cumplir con las normas ISO 14000 lo cual evita generar riesgos inaceptables para el medio ambiente. En la Figura 8 se puede visualizar un isométrico del almacén.

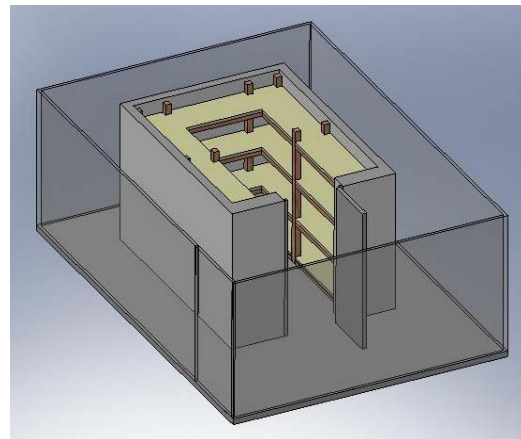


Figura 8. Isométrico de almacén con vista de anaqueles en su interior.

Asimismo, el diseño del almacén debe facilitar la recuperación de los materiales radiactivos, la inspección y el monitoreo. En la Figura 9 se muestra la operación de verificación de tasa de dosis.



Figura 9. Verificación de tasas de dosis.

3. Resultados y discusión

El diseño de la instalación centralizada ha sido implementado y evaluado en un centro minero, que cuenta con un inventario total de 50 equipos que tienen material radiactivo, habiéndose verificado el cumplimiento de las normas de radioprotección.

Teniendo en cuenta el inventario total de los medidores nucleares y fuentes radiactivas, y considerando los parámetros de blindaje, tiempo y distancia es posible conseguir valores de tasa de dosis aceptables, en el perímetro cercado del almacén; asimismo, permite controlar los niveles de dosis para el personal operador considerando las operaciones periódicas a desarrollar. Para el caso de público en general, en ninguna situación se alcanza el límite de dosis reglamentario de 1 mSv al año.

4. Conclusiones

El almacén centralizado en un centro minero, resulta ser la mejor opción para almacenar todos los equipos y fuentes radiactivas en forma segura, ya que permite tener un control permanente del inventario general de todas las fuentes radiactivas existentes, que no están en operación. También permite cumplir con las exigencias técnicas de la normativa nacional así como las exigencias administrativas de la norma ISO 14000.

5. Bibliografía

- [1] Instituto Nacional de Defensa de la Competencia y de la Propiedad Intelectual – INDECOPI. NTP - ISO 14001:2008. Sistemas de Gestión Ambiental. Requisitos con orientación para su uso. 3ra. Edición, Lima Perú.
- [2] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Reglamento de Seguridad Radiológica. Lima: Perú, 1997.
- [3] International Atomic Energy Agency. Identification of radioactive sources and devices. IAEA Nuclear Security Series No. 5. Technical Guidance Reference Manual. Vienna: Austria, 2007.
- [4] International Atomic Energy Agency. Technical data on nucleonic gauges. IAEA-TECDOC-1459. Vienna: Austria, 2005.
- [5] International Atomic Energy Agency. International basic safety standards for protection against ionizing radiation and for the safety of radiation sources. Safety Series No. 115. Vienna: Austria, 1996.
- [6] Mallaupoma Mario. Informe técnico de evaluación radiológica de un almacén para fuentes selladas. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección de Servicios, Lima: Perú, 2008. [Informe interno].

Determinación de interfases en columnas de relleno utilizando fuentes radiactivas

Gerardo Maghella*, Enoc Mamani, José Maguiña, Jorge Condori

Dirección de Aplicaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear; Av. Canadá 1470, Lima, Perú

Resumen

El presente estudio realizado en laboratorio consistió en la determinación de interfases dentro de una columna de PVC ($\phi_{\text{int.}} = 11,5$ cm y espesor de pared = 7 mm), rellena con material de diferente densidad a diferentes alturas, la cual se colocó dentro de un tubo soporte de PVC de 2 metros de largo y diámetro ($\phi_{\text{int.}} = 16,5$ cm), a la que se le realizó un perfilaje gamma mediante un sistema fuente-detector (utilizando una fuente sellada de Cs-137 con una actividad de 10 μCi y un detector de centelleo de NaI) movidos por un motor a pasos (velocidad = 6,6 cm/s). El relleno consistió de arena y grava, grava fina, arcilla, grava gruesa, arena fina, aire y agua. Esta experiencia se realizó en dos (02) condiciones: 2 mediciones por segundo y 5 mediciones por segundo, demostrándose que la técnica para estimar alturas de relleno e interfases en columnas utilizando fuentes radiactivas es muy eficaz, aumentando la eficacia mientras más mediciones por segundo se realicen.

Abstract

This study consisted in the determination of interfaces in a PVC column ($\phi_{\text{inner.}} = 11,5$ cm and wall thickness = 7 mm), refilled with material of different densities at different heights. It was placed inside a support PVC pipe of 2 meters length and 16,5 cm of diameter to which a gamma scanning with a source-detector system (Cs-137 of 10 μC as sealed source and a NaI scintillation detector) moved by a step motor (velocity = 6,6 cm/s) was performed. The refill consisted of sand and gravel, fine gravel, clay, gross gravel, fine sand, air and water. This experience was performed under two conditions: 2 measurements per second and 5 measures per second. It is concluded that the technique applied to estimate bed heights and interfaces in columns by using radioactive sources is very effective and that effectiveness increases as more measures are performed.

1. Introducción

En las refinerías de petróleo y en la industria petroquímica la medición y el control de nivel y de interfases en estanques, torres de fraccionamiento y en equipos de procesos en general, son de vital importancia para el manejo y conocimiento de los distintos fluidos que son procesados en sus unidades, así como también el tipo de relleno, por lo que la necesidad de disponer de un sistema no intrusivo, externo al equipo a inspeccionar y no destructivo que pueda medir niveles e interfases en forma rápida y que pueda verificar el funcionamiento de instrumentación en línea y en aquellos lugares en los cuales no exista, es alta e imperiosa.

Este trabajo presenta una metodología basada en la transmisión de rayos gamma que ha sido montada en laboratorio, para identificar niveles e interfases en distintas secciones de

una columna de PVC de 2 metros y 11,5 cm. de diámetro interno rellena con material de diferente densidad (relleno efectivo 1,87 m, de arena y grava mediana, arcilla, grava gruesa, arena fina, aire y agua). Este relleno estuvo dentro de un tubo soporte de 16,5 cm a fin de verificar el funcionamiento de un medidor de nivel gamma en columnas de lecho de altura variable y de observar en tiempo real las variaciones de niveles e interfases de manera precisa.

El instrumental utilizado consistió en una fuente de Cs-137 de 10 μCi como parte del sistema de perfilaje fuente-detector (en este caso, detector de Centelleo de NaI), tal como se muestra en las Fig. 1 y 2, movido con un motor a pasos ($v = 6,6$ cm/s) y conectado a un sistema de adquisición de datos.

* Correspondencia autor: gmaghella@ipen.gob.pe

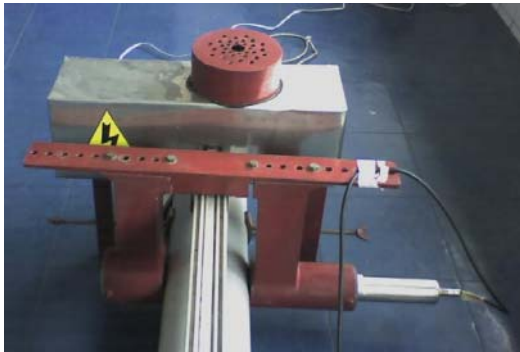


Figura 1. Disposición fuente detector.

El sistema estuvo dispuesto en una geometría tal que permitió realizar las mediciones de nivel en forma precisa.

2. Desarrollo experimental

2.1 Materiales y Equipos

- Sistema de adquisición de datos.
- Columna con diversos rellenos.
- Sistema de movimiento continuo horizontal Fuente-Detector (velocidad constante).
- Fuente de Cesio-137 de 10 uCi.
- Detector de centelleo.

2.2 Metodología

- Se preparó una columna de PVC con diversos rellenos de densidad diferente, llenándolos en compartimientos de volumen conocido de acuerdo con la Figura 2.
- Se centró la columna preparada y se instaló en el equipo de medición de Perfilaje de Laboratorio (Figura 3).
- Se realizaron dos perfilajes con diferentes tiempos de adquisición (2 mediciones/s y 5 mediciones/s).
- Se midió el background del sistema para cada medición.
- Se procedió a medir.
- Se procesaron los resultados.

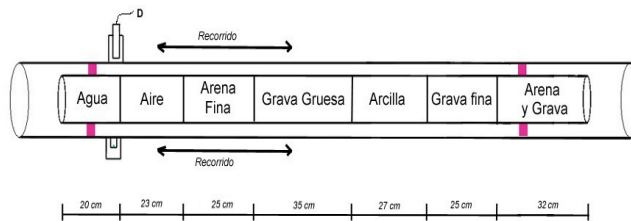


Figura 2. Distribución de los diferentes materiales dentro de la columna de PVC.



Figura 3. Columna evaluada con perfilaje gamma.

2.3 Tabla de datos y Resultados

Tabla 1. Resultados obtenidos del perfilaje de la columna con tiempo de adquisición de 2 mediciones/s (cada 0.5 segundos).

Fase	Material	Altura de la fase teórica (cm)	Cuentas /s	Altura de la fase práctica (cm)	Error %
1	Arena y grava mediana	32	134	27	15,63
2	Grava fina	25	130	26	4,00
3	Arcilla	27	162	31	14,81
4	Grava Gruesa	35	129	31	11,43
5	Arena fina	25	140	21	16,00
6	Aire	23	229	30	30,43
7	Agua	20	166	26	30,00
Total		187			17,47

Tabla 2. Resultados obtenidos del perfilaje de la columna con tiempo de adquisición de 5 mediciones/s (cada 0.2 segundos).

Fase	Material	Altura de la fase Teórica, cm	Cuentas /s	Altura de la fase exp. cm	Error %
1	Arena y grava mediana	32	134	29	9,38
2	Grava fina	25	130	24	4,00
3	Arcilla	27	162	24	11,11
4	Grava Gruesa	35	129	31	11,43
5	Arena fina	25	140	27	8,00
6	Aire	23	229	29	26,09
7	Agua	20	166	21	5,00
Total		187			10,71

En las Figuras 4 y 5 se muestran los perfilajes realizados a la columna en dos condiciones: a 2 mediciones/segundo y a 5 mediciones /segundo.

3. Resultados y Discusión

Del perfilaje realizado a la columna en las 02 condiciones dadas, se observa lo siguiente:

- Se obtienen altos conteos en las zonas del lecho que contiene material con densidades menores. Por ejemplo, en la Tabla 1, en la zona del aire, se obtienen valores de conteo de 229 c/s, mientras que en la zona de grava gruesa (mayor densidad) se obtienen valores de conteo de 129 c/s. La definición de la interfase en la primera condición (c/0.5 segundos) conlleva a un error del 17,47%; esto debido a que no se obtiene mucha información al no ser más precisa la lectura por segundo, considerando la velocidad del motor (6,6 cm/s).

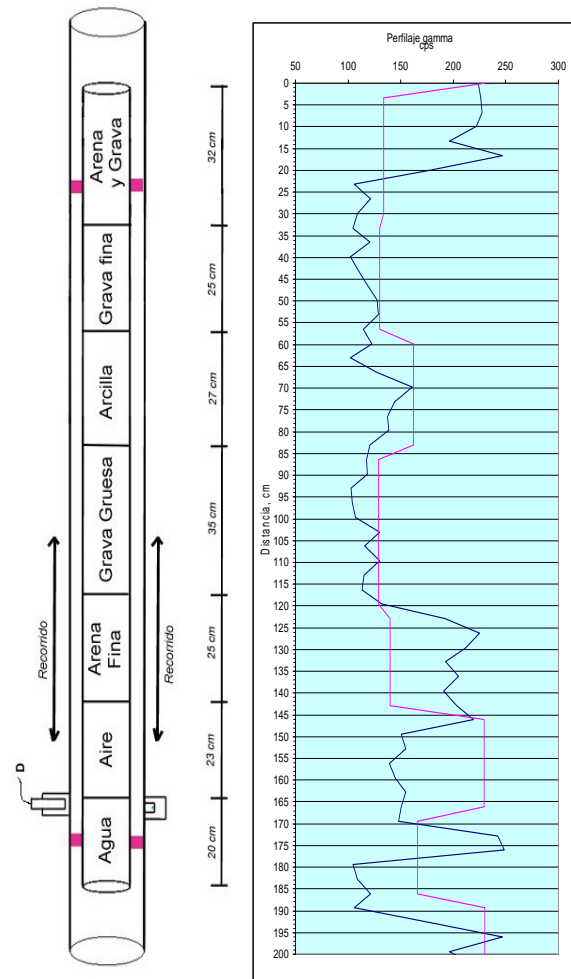


Figura 4. Esquema del perfilaje gamma a la columna (1ra. Condición: 2 mediciones / segundo).

Cabe mencionar que la línea morada en las Figuras 4 y 5, indica el valor promedio del conteo en cada zona del lecho, obtenido con el sistema fuente-detector ubicado en el punto central de cada zona.

- En la segunda condición (c/0,2 segundos) tal como se observa en la Figura 5, se obtiene un perfil mucho más detallado, observándose que la línea morada (valor promedio) podría superponerse fácilmente sobre el perfil obtenido, considerando que se tienen 5 mediciones por segundo, lo que brinda más información del perfilaje en cada zona del lecho en estudio, motivando que la interfase se defina con más claridad, presentándose un error en establecer el punto exacto de la interfase en relación al teórico de 10,71%.

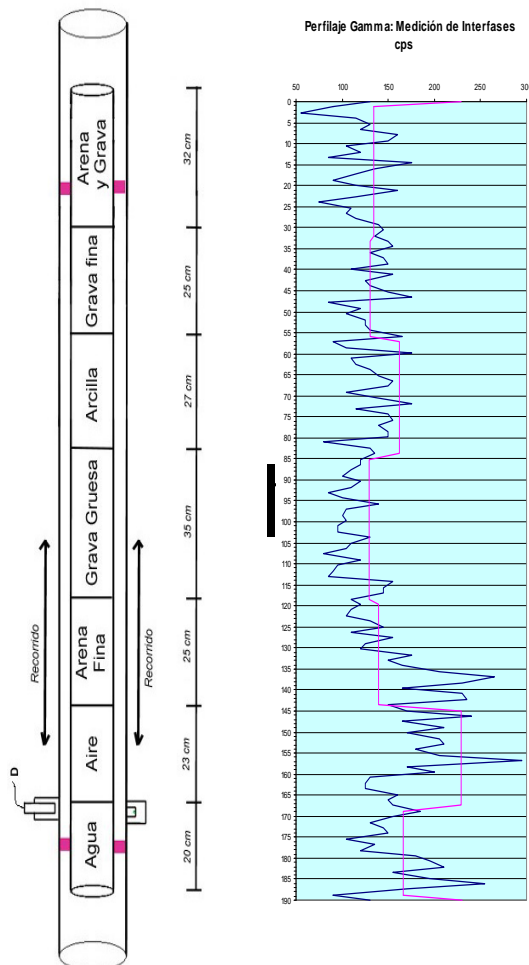


Figura 5. Esquema del perfilaje gamma a la columna (2da. Condición: 5 mediciones/segundo).

4. Conclusiones

- El perfilaje gamma permite identificar gradientes de densidad que se presentan dentro de columnas con diferente tipo de lecho.

- Es posible establecer interfases de diferente tipo de rellenos presentes dentro de columnas con un mínimo porcentaje de error.

- El error obtenido al identificar la interfase en la primera condición (2 mediciones/segundo) fue de 17,47%, mientras que en la segunda condición (5 mediciones/segundo) fue de 10,71%.

- Se debe programar el sistema de medición de manera que se realicen una mayor cantidad de mediciones por segundo durante el perfilaje gamma, a fin de no perder información valiosa del medio estudiado.

- La diferencia entre los valores obtenidos durante el perfilaje con el sistema fuente-detector en movimiento y los valores obtenidos puntualmente en cada zona del lecho se deben principalmente a la no homogeneidad del relleno dentro del tubo, propiciando que existan intersticios que dejen pasar la radiación, sin un grado de compactación definido.

5. Bibliografía

- [1] Scott Vidrine. Radioisotope Technology - benefits & limitations in troubleshooting packed beds in vacuum distillation. Distillation Symposium [serie en Internet]. 2005. Disponible en URL: <http://1.1.1.1/855772480/872021680T090915142948.txt.binXMySM0dapplication/pdfXsysM0dhttp://kolmetz.com/pdf/Radioi-sotope-vacuum.pdf>
- [2] IAEA/AFRA. Radioisotope sealed source technology as applied to industry. December.

Medidor digital de alto voltaje no invasivo para generadores de rayos-X de uso médico. Informe preliminar

Eduardo Cunya^{1,*}, Ever Cifuentes^{1,3}, Ricardo Ruíz², Edgar Valdivia²

¹Dirección General de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Casilla Postal 1687, Lima 41, Perú

²Dirección General de Energía y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Casilla Postal 1687, Lima 41, Perú

³Facultad de Ingeniería Electrónica y Eléctrica, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela s/n, Lima 1, Perú

Resumen

La verificación del parámetro Kilo-Voltaje seleccionado para un procedimiento de diagnóstico médico por Rayos X, se realiza a través del medidor que se describe en este reporte. Este instrumento emplea como detector de radiación un diodo PIN que produce una señal analógica que es convertida a formato digital, comparada, almacenada y finalmente presentada en dígitos decimales a través de un dispositivo micro-controlador AVR del fabricante ATMEL. La unidad está preparada para operar con baterías (9 voltios) y es totalmente portátil.

Abstract

This report describes the assembly of a X-ray monitoring equipment, it uses like radiation detector a PIN photodiode. This electronic device produces an analog signal, which is converted to digital format, compared, stored and finally, showed in decimal digit through a AVR micro-controller device make by ATMEL. This electronic unit is prepared to work with 9 Volts battery and be totally portable.

1. Introducción

Los procedimientos de diagnóstico por Rayos-X, son una práctica muy difundida en hospitales y centros de atención de la salud por lo que el paciente es expuesto a un campo de radiación ionizante rigurosamente supervisado por el profesional físico-medico que tiene a cargo la instalación. Entonces, es preciso contar con un dispositivo de medición de los parámetros eléctricos básicos de operación de estas máquinas. Uno de ellos es el alto voltaje aplicado al tubo de Rayos-X encargado de producir la radiación utilizada en la obtención de la imagen estudiada por el radiólogo.

Se ha encontrado una relación del tipo proporcional, a través de un dispositivo semiconductor usado como detector de la radiación X, entre el voltaje aplicado y la energía de los fotones X producidos, esta relación lineal es posteriormente correlacionada con valores permisibles de dosis de exposición a las radiaciones [1]. El medidor está basado en el proceso de detección de radiación X de un dispositivo semiconductor DIODO PIN que entrega una

pequeña señal eléctrica de voltaje proporcional al voltaje aplicado en el tubo de rayos X de la maquina cuando es expuesto al campo de radiación producido.

2. Procedimiento Experimental

El medidor de Kilo-voltaje es construido sobre la base de un diodo fotodetector PIN de Silicio [2], este bloque funcional es fabricado por el Área de Electrónica del ININ en México, que entrega una señal de voltaje acondicionada en el rango de 0 a 1 V. El sistema de medición, inicialmente, hace un acondicionamiento de la señal de tipo analógica, para luego convertirla al tipo digital, tal como se indica mas adelante. Dependiendo del tiempo de exposición del DIODO detector, el sistema colecta cierto número de datos de conversión que corresponden a los valores de la señal analógica medida. La señal es entonces ingresada a uno de los canales de conversión A/D del micro-controlador ATMEGA 16 del fabricante ATMEL [3], empleando para su temporización un cristal oscilador de 16

* Correspondencia autor: ecunya@ipen.gob.pe

MHz. El ancho de palabra seleccionado de la conversión A/D es 8 bits. El código de programa [4] encargado de efectuar la medición durante una exposición es ejecutado por el microcontrolador mediante un esquema ISR (rutina de servicio de interrupción), se calcula que realizando la captura de tres mediciones de la señal por cada milsegundo se obtienen unos mil datos que son promediados para dar la correspondiente lectura, siempre que consideremos un tiempo de exposición de aproximadamente 200 milisegundos. La unidad de procesamiento

(CPU) del medidor guarda los datos en formato binario en un bloque de memoria interna y posteriormente con la ayuda de un simple algoritmo de comparación ejecutado por la CPU se obtiene la lectura equivalente del voltaje aplicado a la fuente de generación de fotones X. Finalmente, la propia unidad de procesamiento controla y muestra las lecturas a través de un presentador de cristal líquido en formato decimal. En la Figura 1 se puede observar un diagrama de bloques funcionales del medidor.

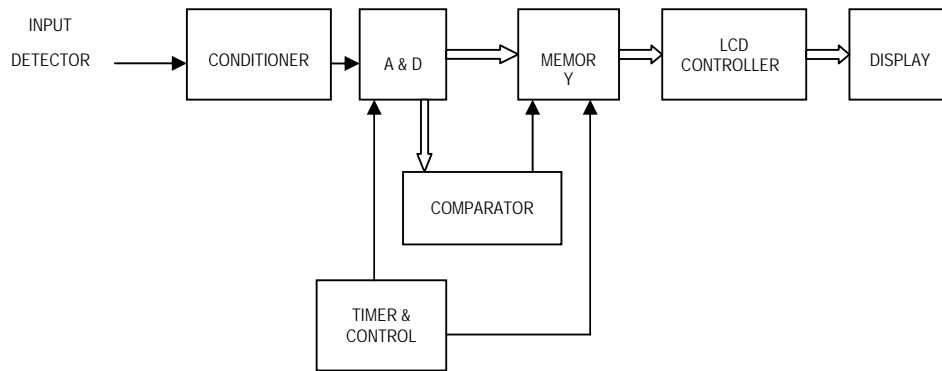


Figura 1. Diagrama de bloques del medidor de alto voltaje.

3. Resultados y Discusión

El circuito de acondicionamiento de señal de entrada, lo conforma un circuito integrado (U1) amplificador operacional el cual tiene una muy alta impedancia de entrada (Figura 2).

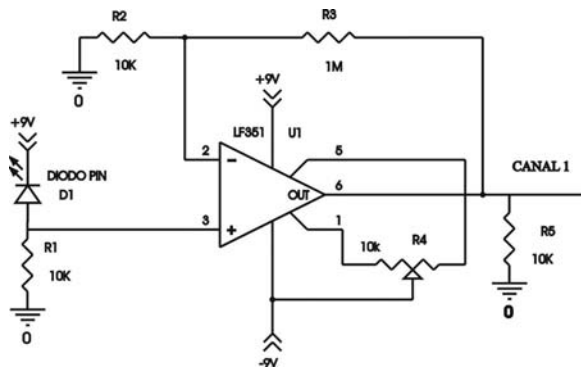


Figura 2. Circuito acondicionador de señal.

Utilizando el circuito anterior y con la ayuda de un osciloscopio digital (Tektronix, TDS 3000B) se obtuvo la forma de onda de alto voltaje para un equipo generador de rayos X cuyo valor nominal de trabajo es 70 KV, un tiempo de disparo de 400 milisegundos y

relación corriente-tiempo de 1mA-s. La técnica de conformación de pulso de alto voltaje por el generador es la de alta frecuencia (Figura 3).

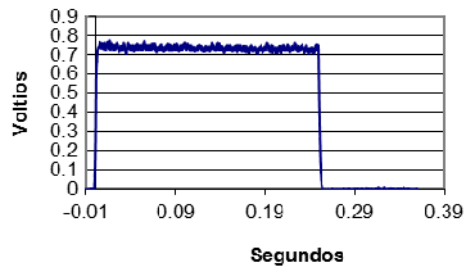


Figura 3. Forma de onda de alto voltaje en alta frecuencia.

4. Conclusiones

Es posible realizar el desarrollo y construcción de instrumentos de este tipo que permiten, tanto al operador de la máquina como al personal encargado del

mantenimiento preventivo o correctivo, verificar el control de calidad de la radiación X producida. Este tipo de instrumento de bajo costo con relación a uno comercial podría masificarse en beneficio directo del paciente que muchas veces es sobreexposto a dosis innecesarias. Otro aspecto a considerar es la calidad de imagen como resultado de la precisión de los parámetros y el uso eficiente de materiales e insumos en la preparación de las películas radiográficas. Afortunadamente existe en el mercado una gran variedad de herramientas de desarrollo de libre disponibilidad para este tipo de aplicaciones [5] que pueden acelerar el proceso de fabricación y con bajo costo.

5. Agradecimientos

Queremos expresar nuestro reconocimiento al Lic. Tony Benavente, Jefe del Laboratorio de Calibraciones Secundarias y a su personal profesional por todo el apoyo que brinda al desarrollo del presente trabajo y por las facilidades de calibración del instrumento.

6. Referencias

- [1] Custidiano ER, Ricciardi EJ, *et al.* Detección de radiación gamma con diodos semiconductores. Revista Argentina de Bioingeniería. 2002 Dic; 8(2):13-16.
- [2] Honeywell. Silicon PIN Photodiode SD3421/5421. Data Sheet.
- [3] Atmel Corporation. 8-bit Microcontroller with 16K Bytes In-System Programmable Flash ATmega16. Data Sheer. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.atmel.com>
- [4] Olimex Chile. AVR-PG1B programmer based on serial port Pony Prog design. Software freeware from Claudio Lanconelli. Specifications and schematics. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.olimex.cl>
- [5] Atmel Corporation. ATMEL AVR Studio 4 Copyright© 1996-2008 Version 4.15 User Guide. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.atmel.com>

Estudio de línea base radiológico ambiental en las zonas uraníferas de Macusani y Corani, Región Puno: Informe preliminar

Susana Gonzáles*, José Osores, Edith López, Jorge Martínez, Raúl Jara, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Marco Ubillús, Blanca Torres

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1460, Lima 41, Perú

Resumen

Se presentan los resultados de la evaluación radiológica preliminar de las zonas uraníferas de Macusani y Corani de la región Puno. En 26 áreas de muestreo se colectaron 33 muestras de suelo, agua y sedimento. Las muestras fueron analizadas por activación neutrónica para la determinación de uranio. Las concentraciones de uranio total en suelo varían en un rango de 3 a 18 ppm habiéndose encontrado un valor de 231 ppm. En sedimento los valores varían entre 6 y 7 ppm. Las mediciones de tasa de dosis ambiental (nSv/h) corresponden a valores de dosis de radiación de fondo natural.

Abstract

In this report the results of a preliminary radiological environmental assessment of the uranium ore deposits of Macusani and Corani in the Department of Puno, Peru are shown. In 26 sampling areas, 33 samples of soil, water and sediment were collected. The samples were analyzed by neutron activation analysis (NAA) for the determination of uranium. The concentrations of total uranium in soil were between 3 and 18 ppm, nevertheless, a value of 231 ppm was found in one sample. In sediment samples, the values were between 7 and 8 ppm. The measurements of environmental dose rate (nSv/h) were in the range of values of natural background radiation dose.

1. Introducción

Los estándares básicos de seguridad para la protección de la radiación ionizante y la seguridad de las fuentes de radiación [1] sostienen que deben cumplirse los requerimientos para todas las actividades que implican exposición a la radiación, incluyendo la radiación que proviene de fuentes naturales.

Todos los minerales contienen radionucleidos de origen natural terrestre. La serie del U-238, el Th-232 y el K-40 son los principales radionucleidos de interés. La concentración de esos radionucleidos es variable pero generalmente baja; sin embargo, ciertos minerales que son comercialmente explotables podrían contener radionucleidos de la serie uranio y del torio en concentraciones elevadas.

Estudios geológicos han demostrado la existencia de un importante potencial uranífero en el sur del Perú, especialmente, en los distritos de Macusani y Corani, Región de Puno.

Asimismo, se considera importante conocer la concentración de elementos como el uranio, selenio, manganeso, arsénico, bario, cadmio, cobre, etc. porque pueden brindar datos útiles

sobre la migración potencial de contaminantes y de otros impactos ambientales no radiactivos.

Las mejores prácticas en las actividades productivas comienzan con un estudio de línea base que caracterice el ambiente físico, biológico y social previo al desarrollo de un proyecto. En el caso que la explotación implique la presencia de material radiactivo, el estudio incluirá la evaluación radiológica ambiental. El Ministerio de Energía y Minas, ha dispuesto que el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) emitirá su opinión técnica en los Estudios de Impacto Ambiental (EIA) referentes a la etapa de explotación minera que involucren el hallazgo de uranio y otros minerales radiactivos en cualquiera de sus formas [2].

Habiéndose iniciado las actividades exploratorias en la región Puno, el IPEN también ha iniciado el desarrollo del estudio de línea base radiológico ambiental en las zonas uraníferas de Macusani y Corani, con la finalidad de conocer los niveles de radiactividad natural en componentes ambientales y obtener una base de datos que

* Correspondencia autor: sgonzales@ipen.gob.pe

sirva de referencia para estudios futuros cuando los procesos mineros del uranio conduzcan al incremento de la radiactividad natural existente.

2. Metodología

Las principales vías por las cuales el hombre puede estar expuesto a la radiación son:

- Vía atmosférica: Por inhalación de radón y aerosoles radiactivos.
- Vía terrestre: Debido a la radiación externa e ingestión de productos contaminados.
- Vía acuática: Por la ingestión de agua y alimentos contaminados.

Considerando estas premisas se realizó el muestreo de componentes ambientales, geológicas, biológicas e hídricas en el mes de octubre de 2008 en las zonas de Macusani y Corani [3,7].

Los radionucleidos críticos que pueden contribuir a la exposición radiológica de los grupos poblacionales y a la contaminación del medio ambiente son los siguientes: Radio-226, Torio-230, Plomo-210, Polonio-210, entre otros [4, 5, 6]. El estudio de campo comprendió las siguientes etapas:

Etapas 1: Evaluación de la zona de estudio e identificación de puntos de muestreo ambiental en función a su ubicación (coordenadas GPS) y medición de la tasa de dosis ambiental (nSv/h).

Etapas 2: Ejecución del plan de muestreo ambiental, recolección de muestras de suelo, agua superficial, sedimento y vegetación.

Etapas 3: Ubicación de dosímetros termoluminiscentes (TLD) para evaluar dosis ambiental.

Etapas 4: Evaluación radiológica ambiental siguiendo los procedimientos técnicos para el muestreo, acondicionamiento de muestras y de análisis radiométrico para muestras ambientales.

Las muestras de suelo y sedimentos fueron secadas, cernidas y homogenizadas. Las muestras de agua fueron evaporadas hasta un volumen de 200 mL para el análisis por espectrometría gamma y luego reducida a sales para la medición de radiación alfa y beta total. Las muestras vegetales fueron secadas e incineradas. El tratamiento y el acondicio-

namiento de las muestras en las geometrías de medición se llevaron a cabo, siguiendo los procedimientos establecidos, en los laboratorios del Departamento de Control Ambiental del Centro Nuclear "RACSO" (IPEN) [8].

Las muestras ambientales se encuentran en proceso de medición y evaluación radiométrica, según el procedimiento ANSI N42.14-1991 con un nivel de confiabilidad del 95% ($\alpha=0,05$).

La determinación de uranio total se realizó por activación neutrónica por el método k_0 , con una incertidumbre expandida del 95 %, en el laboratorio de Química del IPEN.

3. Resultados y Discusión

En la Tabla 1 se detallan las zonas de colección de muestras de suelo, agua y sedimento, las coordenadas geográficas, la altitud, la tasa de dosis ambiental (nSv/h) y la concentración de uranio total en suelos y sedimento (ppm) y en agua (ug/L). Las concentraciones de uranio total en suelo varían en un rango de 3 a 18 ppm. Se encontró un valor de 231 ppm en muestras tomadas en el fondo de la trinchera QC 1200-11 ubicada en la concesión de una empresa minera. En sedimento los valores varían entre 6 y 7 ppm, mientras que en agua la técnica utilizada no permite determinar valores por debajo de 5 ppm.

4. Conclusiones

- a) Las concentraciones de uranio total en suelo varían en un rango de 3 a 18 ppm.
- b) En sedimento los valores varían entre 6 y 7 ppm.
- c) Las mediciones de tasa de dosis ambiental corresponden a valores de dosis de radiación de fondo natural.

5. Referencias

- [1] Organismo Internacional de Energía Atómica. Normas básicas internacionales de seguridad para la protección contra la radiación ionizante y para la seguridad de las fuentes de radiación. Colección Seguridad N° 115. Viena: Austria; 1997.
- [2] Agencia Peruana de Noticias, Lima 24 de enero de 2009 (ANDINA): IPEN deberá emitir opinión técnica sobre estudios de impacto ambiental para explotación de uranio.

[3] International Atomic Energy Agency, Measurement of Radionuclides in food and the environment. Technical Report Series N° 295. Vienna: Austria; 1989.

[4] International Atomic Energy Agency, Radiation Monitoring in the Mining and Milling of Radioactive Ores. Safety Series N° 95. Vienna: Austria; 1989.

[5] International Atomic Energy Agency, Monitoring and Surveillance of Residues from the Mining and Milling of Uranium and Thorium. Safety Report Series N° 27. Vienna: Austria; 2002.

[6] International Atomic Energy Agency, Assessing the need for Radiation Protection Measures in Work involving Minerals and

Raw Materials. Safety Report Series N° 49. Vienna: Austria; 2006.

[7] United States Environmental Protection Agency. Implementation guidance for radionuclides. EPA 816-F-00-002, March 2002.

[8] Gonzáles S, Osoreo J, Lopez E, Martinez J, Jara R, Anaya A. Informe Radiológico Ambiental 2001 -2004. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Dirección General de Seguridad Radiológica. Lima, Perú, 2005.

Tabla 1. Primer reporte del estudio de línea base radiológico ambiental en las zonas uraníferas de Macusani y Corani, Región Puno. Concentración de uranio total en suelo, sedimento y agua (*).

Áreas de muestreo	Ubicación	Altitud msnm	Coordenadas UTM		Tasa de dosis nSv/h	Muestra	Uranio Total* ppm ó ug/L
			Latitud	Longitud			
1	Minera Solex : Cerro Pichuni- Mac-PL08-03	4720	336154	8440372	328	suelo	11.3 ± 0.8
2	Minera Solex : Platafoma Socya 130°/-50	4650	334905	8439000	288	suelo	17 ± 1 7.1 ± 0.6
3	Minera Solex : Camino a Macusani	4570	337530	8438304	350	suelo	6.1 ± 0.6 5.5 ± 0.4
4	Minera Solex : Bofedal junto al camino	4480	339038	8438096	122	suelo	16.8 ± 1.2
5	Camino a 2 Km de Macusani (Minera Solex)	4447	344795	8440976	257	suelo	3.8 ± 0.3
6	Trinchera IPEN - (Contact Energy Perú S.A.C.)- Corani	4662	322498	8461558	337	suelo	14.0 ± 1
7	Minera Contact Energy Perú S.A.C. Plataforma 5, Distrito de Corani	4662	322521	8461608	316	suelo	15.5 ± 1.1 13.0 ± 2.0
8	Minera Contact Energy Peru S.A.C. fuera de laTrinchera QC 1200-11	4617	323611	8461204	386	suelo	23.0 ± 2
9	Minera Contact Energy Perú S.A.C. dentro de laTrinchera QC 1200-11					suelo	231.0 ± 16
10	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Calvario 3, Plataforma 4	4523	326325	8461448	350	suelo	9.0 ± 0.6
11	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Calvario 3, Plataforma 1	4521	326239	8462164	361	suelo	9.2 ± 0.6 9.2 ± 0.6
12	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Camino de Retorno	4608	324861	8459794	339	suelo	10.1 ± 0.8
13	Chucaconiza : Frente excampamento IPEN	4346	320597	8456276	357	suelo	9.7 ± 0.9
14	Chucaconiza	4367	320597	8456276	357	suelo	5.9 ± 0.4
15	Global Gold Sac: Plataforma 29	4575	330177	8455036	375	suelo	10.8 ± 0.8
16	Global Gold Sac (Colibri 2)	4570	330503	8454978	373	suelo	10.5 ± 0.7
17	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Calvario 1	4432	331663	8463694	330	suelo	10.5 ± 0.7
18	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Calvario 1, Plataforma 3	4397	331202	8463826	302	suelo	9.6 ± 0.7 11.3 ± 0.8
19	Minera Frontera Pacifico Perú S.A.: Sayana	4563	336253	8447464	427	suelo	11.8 ± 0.8 10.9 ± 0.8
20	Pueblo Samilia	4280	339308	8450652	383	suelo	18.0 ± 1.3
21	Juliaca	3820	379686	8284724	120	suelo	3.0 ± 0.2
22	Juliaca		379654	8284730	120	agua	< 5
23	Río Macusani -Agua superficial	4330	341146	8438128	320	agua	< 5
24	Río Macusani - Expuesta a las actividades de U		362827	8429098	380	agua	5.9 ± 1.5
25	Río Macusani - Sedimento	4330	343310	84503960	320	sedimento	6.2 ± 0.6
26	Río Macusani - Sedimento		336449	8466547	380	sedimento	7.5 ± 0.2



Figura 1. Mediciones de tasa de dosis en la zona uranífera de Macusani.



Figura 2. Mapa de zonas estudiadas – Macusani y Corani en la región Puno.

Estudio de línea base radiológica ambiental en el área de influencia del proyecto Bayovar: Radiactividad beta global en suelo superficial

José Osoros^{1*}, Raúl Jara²

¹Laboratorio de Radioecología. Dirección de Investigación y Desarrollo. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

²Laboratorio de Tratamiento de Muestras Ambientales – Dirección de Servicios Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

Resumen

Con la finalidad de conocer los niveles de radiactividad existentes antes de que se inicien las operaciones de extracción de mineral, se inició el estudio de la línea base radiológica ambiental en el área de influencia del proyecto Bayovar. Los resultados muestran que los niveles de radiactividad beta global promedio de suelo superficial en la provincia de Sechura son de 44,7 Bq/kg a diferencia de los niveles en la zona de emplazamiento de la mina, donde alcanza un valor de 133,4 Bq/kg.

Abstract

In order to be acquainted with the radioactivity levels existing before starting mineral extraction operations, the study of the radiological environmental baseline on the influence area of the Bayovar project was initiated. The results show that average level of global beta radioactivity in surface soil of Sechura province is 44,7 Bq/kg unlike the levels in the zone of location of the mine, where a value of 133,4 Bq/kg is achieved.

1. Introducción

Durante el mes de agosto del año 2008, se inició el estudio de la línea base radiológica ambiental en el área de influencia del proyecto Bayovar, con la finalidad de conocer los niveles de radiactividad existentes antes de que se inicien las operaciones de extracción de mineral por parte de la empresa minera Miski Mayo, filial nacional de la empresa brasilera Vale [1].

Con este propósito, se colectaron en una primera etapa, la cantidad de 159 muestras ambientales a fin de llevar a cabo ensayos analíticos para la determinación de los niveles de radiactividad beta global, radionucleídos naturales por espectrometría gamma (Ra-226, K-40), radionucleídos naturales por espectrometría alfa (U-238, U-234, U-235, Th-232) y radionucleídos artificiales de importancia ambiental (Cs-137 y Sr-90).

Este primer reporte presentan los niveles de radiactividad beta global en muestras de suelo superficial, con una profundidad de hasta 2 cm, correspondientes a las estaciones de muestreo distribuidas en el territorio de la Provincia de Sechura, perteneciente a la Región Piura.

2. Material y Métodos

2.1. Estaciones de muestreo

Se establecieron dieciséis estaciones de muestreo en el territorio comprendido por la provincia de Sechura y cuatro estaciones dentro del área de emplazamiento de la minera Miskimayo (Tablas 1, 2 y Figura 1). Cada estación comprende un área circular de 100 metros desde el punto de referencia, abarcando un total de 31416 m² por cada estación de muestreo (0,03 km²) [2].

2.2. Muestreo ambiental

Se fijaron dos puntos de muestreo dentro del área establecida para cada estación de muestreo tomando como preferencia zonas de tránsito nulo con superficies no intervenidas por actividades humanas. Se colectaron muestras de suelo superficial comprendidas por una superficie de 20 x 20 cm de área y una profundidad de hasta 2 cm este muestreo incluye la separación de vegetales y piedras presentes en el terreno. Las muestras fueron colocadas en una bolsa plástica adiamantada y debidamente rotulada.

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe

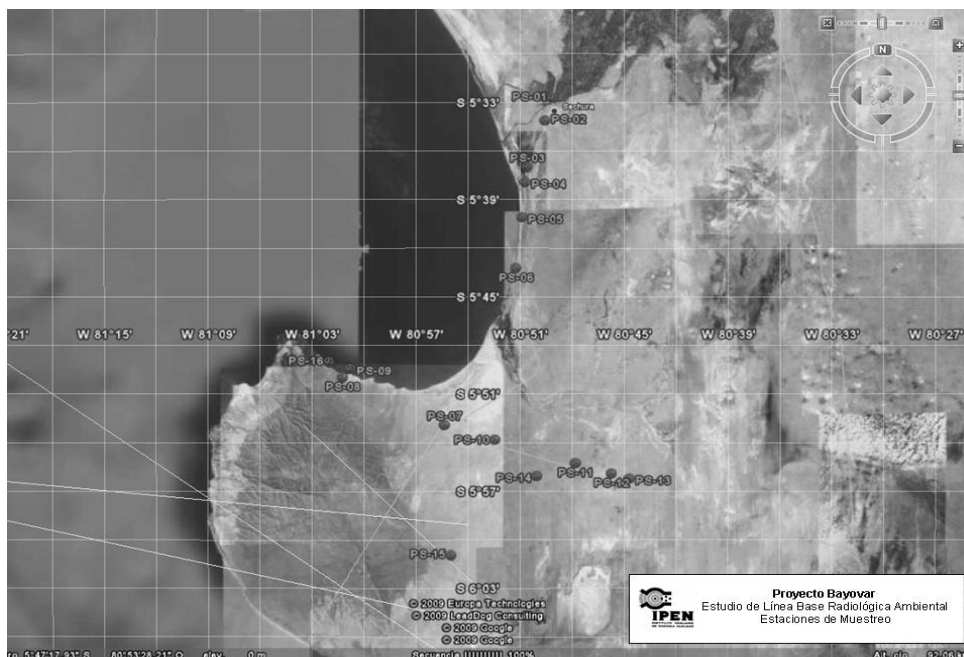


Figura 1. Estaciones de Muestreo del Proyecto Bayovar.

Tabla 1. Estaciones de Muestreo Ambiental en Sechura.

Estación de Muestreo	Referencia	Latitud Sur			Longitud Oeste		
		grados	minutos	segundos	grados	minutos	segundos
PS-01	Sechura	05	33	03,54	80	49	07,37
PS-02	Km-88	05	34	27,00	80	49	34,08
PS-03	Km-82	05	37	18,00	80	50	36,66
PS-04	Entrada Mataballo	05	38	15,48	80	50	43,26
PS-05	Km-76	05	40	25,20	80	50	54,60
PS-06	Km-70	05	43	33,60	80	51	15,60
PS-07	Ovalo	05	53	14,34	80	55	22,44
PS-08	Bayovar Entrada	05	50	18,00	81	01	14,40
PS-09	Bayovar Campamento	05	49	46,80	81	00	47,58
PS-10	Km-42	05	54	08,76	80	52	27,48
PS-11	Km-33	05	55	35,82	80	47	49,14
PS-12	Km-29	05	56	13,86	80	45	44,70
PS-13	Km-27	05	56	33,00	80	44	42,84
PS-14	Cruz	05	56	23,40	80	50	03,00
PS-15	Entrada Mina	06	01	17,40	80	55	00,00
PS-16	Caleta Puerto Rico	05	49	21,61	81	02	01,94

Tabla 2. Estaciones de muestreo ambiental en el emplazamiento minero.

Estación de Muestreo	Referencia	Latitud Sur			Longitud Oeste		
		grados	minutos	segundos	grados	minutos	segundos
MV-01	Trinchera 3	06	04	12,00	80	51	13,20
MV-02	Afloramiento Capa 7	06	05	28,80	80	51	33,60
MV-03	Trinchera 2	06	04	20,00	80	51	06,00
MV-04	Afloramiento Capa 1	05	49	47,00	81	00	48,00

2.3. Tratamiento de muestras

Las muestras fueron secadas en horno eléctrico a 120 °C por 8 horas, luego fueron molidas en mortero y pasadas a través de una malla de 0,212 mm de diámetro (70 mesh).

Se tomó una fracción de las muestras obtenidas y se colocaron en tubos de ensayo debidamente rotulados.

2.4. Acondicionamiento de muestras

Se colocó entre 1 y 2 gramos de muestra tamizada en planchetas de aluminio y se procedió a cubrirlas con milar plástico para el análisis radiométrico beta.

2.5. Análisis instrumental

Las muestras debidamente acondicionadas se llevaron a lectura instrumental en un sistema de radiometría beta de bajo fondo (LAS-3A) realizando lecturas entre 10 y 60 minutos, se registró el número de cuentas totales para cada una de las muestras. La calibración del equipo se llevó a cabo con una muestra de KCl [3], y los resultados fueron expresados en Bequerelios por kilo con un nivel de confianza del 95%. El control de calidad se llevó a cabo mediante la evaluación del grado de dispersión de la eficiencia instrumental del equipo.

3. Resultados

La Tabla 3 presenta los valores de actividad beta global en muestras de suelo superficial colectadas en el área de influencia del proyecto y en el área de emplazamiento de la mina.

El valor promedio de la actividad beta global de suelo superficial en el área de influencia del proyecto, correspondiente a la provincia de Sechura, es $44,7 \pm 21,4$ Bequerelios/kilo.

El valor obtenido de las muestras de suelo colectadas en el interior del emplazamiento de la mina es de $133,4 \pm 47,5$ Bequerelios/kilo (Figura 2).

Tabla 3. Actividad beta global en suelo superficial.

<i>Estación de Muestreo</i>	<i>Actividad Promedio* (Bq/kg)</i>
PS-01	23,8
PS-02	37,8
PS-03	27,5
PS-04	11,4
PS-05	104,1
PS-06	44,5
PS-07	40,7
PS-08	47,0
PS-09	41,5
PS-10	29,4
PS-11	41,2
PS-12	51,5
PS-13	46,3
PS-14	60,6
PS-15	72,5
PS-16	35,2
MV-01	83,7
MV-02	197,3
MV-03	119,3
MV-04	133,2

* Fecha de Referencia: 2008-08-01.

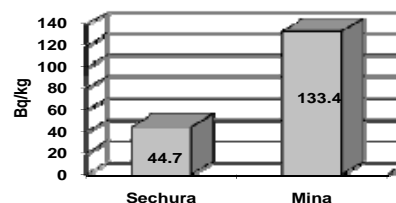


Figura 2. Actividad beta global promedio en suelo superficial (2008-08-01).

Como control radiológico complementario, se evaluó la tasa de exposición al nivel del suelo en el área de emplazamiento de la mina con un monitor de contaminación TBM-3, marca Technical Associates (serie: 007493), calibrado por el Laboratorio Secundario de Calibraciones Dosimétricas del IPEN [4].

Los valores de exposición, expresados en microRoetgen/hora, fueron de 45,9 y 43,7 para las estaciones MV-001 y MV-003, respectivamente.

Tabla 4. Tasa de Exposición en el área de emplazamiento de la mina.

No.	Tasa de Exposición ($\mu R/h$)	
	MV-001	MV-003
1	38,71	44,24
2	60,83	38,71
3	33,18	44,24
4	71,89	38,71
5	38,71	38,71
6	33,18	38,71
7	33,18	44,24
8	71,89	38,71
9	38,71	71,89
10	38,71	38,71
Promedio	45,899	43,687
Desviación	15,867	10,246

4. Conclusiones

Los niveles de radiactividad beta global promedio de suelo superficial en la provincia de Sechura se encuentran dentro de los valores ambientales considerados para suelos de tipo arenoso [5].

Los niveles de radiactividad beta global promedio en el área de emplazamiento de la mina resultan ser tres veces superiores a los presentados en el área de influencia del proyecto: sin embargo, estos valores no representan riesgo radiológico ambiental.

Los niveles de exposición radiactiva en el área de emplazamiento de la mina no representan riesgo radiológico para el

personal operativo ni para el público en general.

5. Agradecimiento

A la Ingeniera Gabriela Quiroz Távora, contraparte de la empresa minera Miskimayo, por su apoyo y facilidades para las actividades de transporte, orientación y muestreo durante la ejecución del presente trabajo.

6. Bibliografía

[1] Godos M. Resumen Ejecutivo EIA del Proyecto Bayovar de la Minera Miskimayo (Sechura). [serie Internet] Gua 3.0. 2008 [acceso 23 de Julio de 2008]. Disponible en URL:

<http://gua30.wordpress.com/2008/01/10/resumen-ejecutivo-eia-del-proyecto-bayovar-de-la-minera-miski-mayo/>

[2] Osoreo JM. Informe de la comisión efectuada en Bayovar, Piura. Documento Técnico DT-08-012-JOR. Instituto Peruano de Energía Nuclear. 2008.

[3] Ruiz de Pardo C. Calibraciones del contaje beta total. Boletín de la Junta de Control de Energía Atómica. Lima, Perú. Enero-Junio 1967. 12(57):81-90.

[4] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Laboratorio Secundario de Calibraciones Dosimétricas (LSCD). [sitio en Internet]. Disponible en URL:

http://www.ipen.gob.pe/site/infraestructura/lscd_01.htm

[5] Zorer OS, Ceylan H. Gross alpha and beta radioactivity concentration in water, soil and sediment of the Bendimahi River and Van Lake (Turkey). Environ Monit Assess (2009) 148: 39-46.

Estudio de línea base radiológica ambiental en el área de influencia de un laboratorio de pruebas de lixiviación de uranio en Juliaca, Puno

José Osores^{1,*}, Susana Gonzáles², Jorge Martínez², Edith López², Raúl Jara²

¹Laboratorio de Radioecología. Dirección de Investigación y Desarrollo. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

²Laboratorios de Radiactividad Ambiental. Dirección de Servicios. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

Resumen

Se realizaron estudios de línea base radiológica ambiental, relacionados con la concentración de uranio total y sus isótopos radiactivos en el área de influencia a un laboratorio suelo de lixiviación, ubicado en la ciudad de Juliaca, Puno. El área estudiada presentó valores comprendidos entre 0,2056 y 0,7192 mg/kg de uranio total, entre 2,54 y 8,88 Bq/kg de U-238, entre 0,19 y 0,41 Bq/kg de U-235 y entre 2,55 y 8,92 Bq/kg de U-234. Estas concentraciones son consideradas como naturales y servirán para evaluar el impacto radiológico de las actividades desarrolladas por el laboratorio.

Abstract

Radiological-environmental baseline studies, related to the total uranium concentration and its radioactive isotopes, were performed in the area of influence of a leaching laboratory, located in the city of Juliaca, Puno. The studied area showed values in soil comprised between 0,2056 and 0,7192 mg/kg of total uranium; 2,54 and 8,88 Bq/kg of U-238, 0,19 and 0,41 Bq/kg of U-235 and 2,55 and 8,92 Bq/kg of U-234. These concentrations are considered as natural and will serve to evaluate the radiological impact of the activities developed by the laboratory.

1. Introducción

De conformidad con lo establecido en el artículo 4° de la Ley N° 28028 [1], y en los artículos 20° y 22° de su reglamento aprobado por D.S. N° 041-2003-EM [2], la Oficina Técnica de la Autoridad Nacional del IPEN recibió una solicitud de Licencia de Operación para un Laboratorio de Pruebas de Lixiviación ubicado en la ciudad de Juliaca [3].

Dentro de los requisitos necesarios para obtener la licencia, se requiere la presentación de un estudio de línea base radiológica ambiental que permita conocer los niveles de radiactividad previos a las operaciones del laboratorio con la finalidad de monitorear el impacto radiológico ambiental durante la ejecución del proyecto. Esta labor fue encargada a la Dirección de Servicios a partir del 11 de Septiembre del 2008. El presente documento técnico reporta los resultados del muestreo realizado en el área de influencia del proyecto.

2. Material y Métodos

2.1. Área de influencia

El área del laboratorio se encuentra ubicado en la Manzana A, Sub lote 2-A del Parque Industrial de Taparachi, distrito y ciudad de Juliaca. Se encuentra dentro de un área de 315 m² debidamente cercados, cuenta con luz, agua y desagüe. Las áreas aledañas son terrenos industriales generalmente sin uso; la instalación más cercana corresponde al SENATI y se encuentra ubicada a 100 metros del laboratorio en dirección sureste (Figura 1). El laboratorio instalado consta de dos container, uno dispuesto como sala de preparación de muestras y una segunda destinada a las columnas de lixiviación; la sala de preparación de muestras cuenta con un chancador de rodillo, un chancador de mandíbula, un pulverizador, dos mesas de trabajo y un ROTAP; la sala de lixiviación cuenta con una estufa, una mesa de trabajo y quince columnas de lixiviación.

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe



Figura 1. Ubicación del Laboratorio de Lixiviación – Juliaca.

El laboratorio instalado consta de dos container, uno dispuesto como sala de preparación de muestras y una segunda destinada a las columnas de lixiviación; la sala de preparación de muestras cuenta con un chancador de rodillo, un chancador de mandíbula, un pulverizador, dos mesas de trabajo y un ROTAP; la sala de lixiviación cuenta con una estufa, una mesa de trabajo y quince columnas de lixiviación (Figura 2).

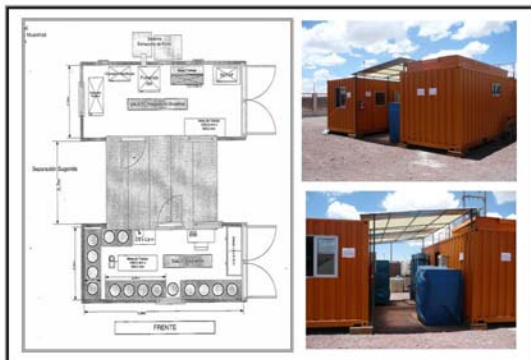


Figura 2. Instalaciones del Laboratorio.

El personal de la planta se encuentra provisto con los implementos adecuados de protección como por ejemplo lentes de seguridad,

protector auditivo, casco, calzado de seguridad, máscaras anti polvo/gases y dosímetro de película cuyo servicio es proporcionado por la empresa Nuclear Control SAC.



Figura 3. Implementos de protección del personal del Laboratorio de Lixiviación.

Debido a que el proyecto constituye una instalación de pequeña escala y los niveles de radiactividad en el material de proceso son menores de 40 kBq [4], se estableció un área de influencia de 500 metros con respecto a la ubicación del laboratorio, dividida en cinco sectores de 100 metros cada una (Figura 4).

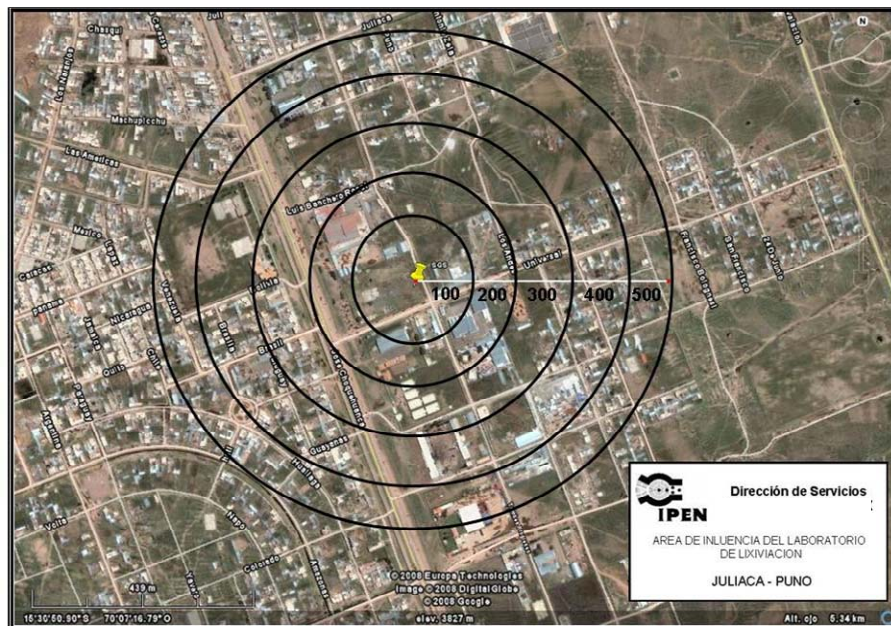


Figura 4. Área de Influencia del Laboratorio de Lixiviación – Juliaca.

2.2. Medición de exposición radiactiva

Se realizó la medición de la tasa de exposición (mR/h) en diez puntos dentro del área de influencia con un monitor de contaminación marca Technical Associates modelo TBM-3; se realizaron diez lecturas sobre la superficie del suelo por cada punto de muestreo.

2.3. Muestreo de polvo en aire

Se realizó el muestreo de partículas de polvo en aire mediante el uso de un colector de aire marca Staplex, ubicado en el interior de las instalaciones del laboratorio, se realizaron tres muestreos con un tiempo de colecta de 20 minutos cada uno.

2.4. Muestreo de suelo

Se realizó la colecta de suelo en diez puntos dentro del área de influencia, la muestra colectada corresponde a suelo superficial, es decir, con una profundidad de hasta 2 cm y la superficie colectada fue de 900 cm² por punto de muestreo. Se colectaron aproximadamente dos kilogramos de suelo por cada punto de muestreo los cuales fueron colocados en una bolsa plástica adiamantada debidamente rotulada.



Figura 5. Muestreo de componentes ambientales.

2.5. Muestreo de vegetación

La vegetación predominante en la zona es el "ichu" (*Stipa ichu*, Kunth 1829), llamada también "paja brava" o "paja ichu", que es un pasto del altiplano andino sudamericano empleado como forraje para el ganado, principalmente de camélidos sudamericanos (Figura 5). Se colectaron aproximadamente 500 gramos de materia vegetal en cuatro puntos de muestreo dentro del área de influencia.

2.6. Muestreo de agua

La fuente natural de agua superficial más cercana se encuentra aproximadamente a 10 km del emplazamiento por lo que no está incluido dentro del área de influencia del proyecto. Como fuente de agua potable se colectó una muestra procedente del tanque de agua del proyecto.

2.7. Tratamiento de muestras

Las muestras de suelo y vegetales fueron secadas en estufa eléctrica a 120 °C, posteriormente las muestras de suelo fueron tamizadas en malla 200 y las muestras de vegetales sometidas a incineración a 512 °C por 8 horas. Las muestras de agua fueron evaporadas hasta sequedad y acondicionadas en la geometría de recuento correspondiente, el filtro de aire no fue sometido a tratamiento alguno y se realizó su análisis en forma directa.

2.8. Análisis instrumental

Una fracción de cada una de las muestras de suelo se envió al laboratorio SGS para la determinación del contenido de uranio total y análisis elemental por espectrometría de masas con fuente de plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS).

Los isótopos de uranio así como sus productos de decaimiento más relevantes se evaluaron en el Laboratorio de Radiometría Ambiental del IPEN (Figura 6) a través de un sistema de espectrometría gamma de alta resolución según protocolos del Organismo Internacional de Energía Atómica [5].



Figura 6. Laboratorio de Radiometría Ambiental.

3. Resultados

El área de influencia del proyecto incluye zonas libres o con escasa población en dirección nordeste, presentando una mayor densidad poblacional en las zonas ubicadas en dirección este, donde se pueden apreciar complejos habitacionales.

Con excepción de la Av. Jorge Choquehuanca que se encuentra asfaltada, el resto de las calles y avenidas no presentan ningún tipo de asfaltado o afirmado, por lo que el transporte vial origina el levantamiento de considerables cantidades de polvo que se depositan sobre los techos de las viviendas cercanas.

La información sobre la dirección de vientos, proporcionada por el SENAMHI durante los años 2006 y 2007 (Tabla 1), presenta mucha variabilidad entre los diferentes meses del año por lo que no es posible identificar una "área crítica" que se pueda considerar como la que recibe el impacto de las operaciones del Laboratorio de Lixiviación, por lo que el monitoreo radiológico ambiental se realizó en diferentes puntos de muestreo dentro del área de influencia establecida.

Tabla 1. Dirección predominante y velocidad del viento (m/s) (Estación: Juliaca/007/454/DRE-13).

Mes	Año	
	2006	2007
Enero	E - 1,7	E - 1,7
Febrero	E - 1,5	W - 2,2
Marzo	E - 1,5	NE - 1,4
Abril	E - 0,8	E - 0,9
Mayo	N - 0,8	W - 1,2
Junio	W - 0,9	NE - 1,2
Julio	E - 1,3	NW - 1,5
Agosto	W - 1,7	W - 1,8
Septiembre	N - 1,5	E - 1,7
Octubre	NE - 1,8	NE - 1,7
Noviembre	NE - 1,6	SW - 1,5
Diciembre	E - 2,0	W - 1,7

Fuente: SENAMHI

3.1 Tasa de Exposición (mR/h)

La tasa de exposición del suelo (en contacto) presentó valores promedio inferiores a 0,5 mR/h en los diferentes sectores del área de influencia (Tabla 2), el análisis de varianza de estas lecturas no presentó diferencias significativas entre los diferentes sectores, por lo que se asume que la tasa de exposición

en toda el área de influencia es homogénea (Tabla 3). Como control se realizó una evaluación en la zona de almacenamiento del material que será procesado durante el desarrollo del proyecto, las lecturas se realizaron en contacto y a un metro de distancia de los bultos.

Tabla 2. Tasa de exposición (mR/h) en el área de influencia del Laboratorio.

No.	Distancia del Laboratorio				
	100 m	200 m	300 m	400 m	500 m
1	0.60	0.40	0.30	0.45	0.45
2	0.45	0.10	0.35	0.30	0.50
3	0.60	0.45	0.45	0.35	0.30
4	0.45	0.60	0.30	0.45	0.50
5	0.50	0.35	0.35	0.50	0.30
6	0.30	0.30	0.40	0.30	0.50
7	0.30	0.35	0.40	0.50	0.35
8	0.30	0.50	0.35	0.30	0.40
9	0.55	0.30	0.35	0.30	0.45
10	0.45	0.45	0.40	0.45	0.45
Media	0.45	0.38	0.37	0.39	0.42
1 DS	0.11	0.14	0.04	0.09	0.08
CV%	24.8%	37.9%	12.1%	23.1%	19.7%

Tabla 3. Análisis de varianza de la tasa de exposición en el área de influencia del laboratorio.

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	GL	Cuadrados Medios	F	Valor crítico para F
Entre sectores	0.0462	4	0.01155	1.19	2.57
Dentro de los sectores	0.43625	45	0.009694		
Total	0.48245	49			

Tabla 4. Tasa de exposición (mR/h) en la zona de almacenamiento de mineral.

No.	Contacto	1 metro
1	30.00	1.40
2	30.00	1.25
3	30.00	1.45
4	25.00	1.25
5	30.00	1.30
6	25.00	1.45
7	25.00	1.50
8	30.00	1.15
9	30.00	1.20
10	30.00	1.45
Media	28.50	1.34
1 DS	2.50	0.13
CV%	8.8%	9.7%

El contenido de uranio total presente en muestras de suelo colectadas dentro del área de influencia del laboratorio presentó valores comprendidos entre 0,2056 y 0,7192 mg/kg.

Tabla 5. Contenido de uranio total en suelos.

Zona	Coordenadas Geográficas		Uranio Total (mg/kg)
	Latitud S	Longitud O	
PJ-01	15°30'48.81"	70°07'20.00"	0,6855
PJ-02	15°30'47.18"	70°07'20.56"	0,6701
PJ-03	15°30'47.96"	70°07'22.53"	0,6337
PJ-04	15°30'44.09"	70°07'19.24"	0,2434
PJ-05	15°30'50.22"	70°07'24.78"	0,7192
PJ-06	15°30'44.37"	70°07'13.69"	0,3389
PJ-07	15°30'42.63"	70°07'11.01"	0,2056
PJ-08	15°30'59.11"	70°07'20.22"	0,6633
PJ-09	15°30'50.39"	70°07'33.02"	0,5289
PJ-10	15°30'35.46"	70°07'11.57"	0,5139

Fuente: SGS

La tabla 6 muestra las concentraciones de los isótopos de uranio presentes en las muestras de suelo colectadas dentro del área de influencia del proyecto. Se puede observar que el máximo valor determinado es 8,92 Bq/kg de U-234, destacando que en ninguno de los casos se alcanza el valor límite establecido para productos NORM, equivalente a 1000 Bq/kg [6].

Tabla 6. Isótopos de uranio en suelos (Actividad en Bq/kg).

Zona	U-238	U-235	U-234
PJ-01	8,46	0,40	8,50
PJ-02	8,27	0,39	8,31
PJ-03	7,82	0,37	7,86
PJ-04	3,00	0,14	3,02
PJ-05	8,88	0,41	8,92
PJ-06	4,18	0,20	4,20
PJ-07	2,54	0,19	2,55
PJ-08	8,19	0,38	8,23
PJ-09	6,53	0,31	6,56
PJ-10	6,34	0,30	6,38

Los ensayos por espectrometría gamma de alta resolución en muestras de aire, agua y vegetales dieron como resultado valores por debajo del límite de detección y de la concentración mínima detectable.

4. Conclusión

Los niveles de uranio total y de sus radioisótopos presentes en suelos, colectados dentro del área de influencia del laboratorio de lixiviación, se encuentran dentro de los valores típicos de un ambiente natural y sirven como punto de partida para la evaluación de las actividades que desarrollará este laboratorio. Estos niveles base de radiactividad ambiental deberán ser comparados con los resultados del monitoreo radiológico durante el desarrollo de las actividades del laboratorio a fin de evaluar el impacto producido en el medio ambiente.

5. Agradecimiento

Al personal de las empresas SOLEX y SGS por su apoyo logístico durante la ejecución del presente estudio.

6. Bibliografía

[1] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Leyes y Normatividad. Ley 28028. Ley de Regulación del Uso de Fuentes de Radiación Ionizante. [serie en Internet]. Disponible en: http://www.ipen.gob.pe/site/regulacion/ley_27028_01.htm

[2] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Leyes y Normatividad. Reglamento de Autorizaciones, Fiscalización y Sanciones de la Ley 28028, Ley de Regulación del Uso de Fuentes de Radiación Ionizante. [serie en Internet]. Disponible en URL:

http://www.ipen.gob.pe/site/publicaciones/ley28028/reglamento_ley28028.pdf

[3] SGS. Requisitos para Licencia de Laboratorio de Pruebas de Lixiviación. SGS Mineral Services. Lima. Agosto 2008. 40 p.

[4] Osorio JM, Martínez, JA. Muestreo ambiental en el área de influencia del Proyecto SGS-SOLEX (Juliaca). Documento Técnico DT-08-015. [Informe Interno]. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Lima, Perú. 12 páginas. 2008.

[5] International Atomic Energy Agency. Measurement of Radionuclides in Food and the Environment. Technical Report Series No. 295. Vienna: Austria; 1989.

[6] International Atomic Energy Agency. Naturally occurring radioactive materials (NORM IV). IAEA-TECDOC 1472. Proceedings of an international conference held in Szczyrk, Poland, 17–21 May 2004. October 2005. 584 p.

V. Aplicaciones en Medicina y Biología

Efecto de la radiación gamma en la actividad antioxidante del aceite de higuera: Reporte preliminar

Fabio Espichán¹, Arthur Alvarez¹, Johan Vela², Kety León³, Julio Santiago^{1,3,*}

¹ Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

² Facultad de Ing. de Industrias Alimentarias, Universidad Nacional Agraria de la Selva, Universitaria Km 1,5, Tingo María, Perú

³ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se ha estudiado el efecto de la radiación gamma en la actividad antioxidante del aceite de ricino, *Ricinus communis L.*, por el método del DPPH. El IC₅₀ es de 0,28 µL/mL, lo que indica que el aceite contiene compuestos con una gran capacidad para neutralizar al radical libre del DPPH. La actividad antioxidante no varía mucho cuando el aceite es irradiado hasta 20 kGy, excepto a 15 kGy en la que se observó una disminución del 6 %. Si el aceite es obtenido a partir de semillas irradiadas, la actividad tampoco varía mucho hasta 3 kGy, sin embargo a 5 kGy hay una disminución del 20 %.

Abstract

The effect of gamma radiation in the antioxidant activity of castor oil, *Ricinus communis L.*, has been studied by the DPPH method. The IC₅₀ of the oil is 0,28 µL/mL, which indicates that this oil contains compounds with the ability to neutralize DPPH radicals. The antioxidant activity does not vary too much when the oil is irradiated up to 20 kGy, except for 15 kGy where it decreased 6 %. If the oil was obtained from irradiated seeds, the activity does not vary too much up to 3 kGy. However, for 5 kGy it was observed a reduction of 20 %.

1. Introducción

La higuera, *Ricinus communis*, es una planta que pertenece a la familia de las *Eurphorbiaceae* y cuyo cultivo se extiende en casi todo el mundo. Los mayores exportadores de aceite de ricino son la India, China y Brasil. El aceite de ricino tiene una gran demanda pues es utilizado como aditivo de tintas, pinturas y barnices, también en la formulación de lubricantes, aceite de motores y en la preparación de detergentes sintéticos biodegradables que producen poca espuma [1].

El principal componente del aceite de ricino es el ácido ricinoleico (89 %), que posee un doble enlace, un grupo hidroxilo y un grupo carboxílico [2]. Estos grupos funcionales son fácilmente funcionalizados y permite obtener una serie de derivados de interés industrial.

El aceite de ricino no es comestible pues contiene la ricina (de naturaleza proteica) [3,4] y la ricinina (alcaloide) que producen trastornos biológicos al ser ingeridos [5]. Sin

embargo, el aceite de ricino es incluido en formulaciones tópicas para el tratamiento de del cabello [6], quemaduras [7,8] y de desórdenes oncológicos [9]. Además, el ácido ricinoleico exhibe un efecto antiinflamatorio y analgésico importante [10].

En el IPEN estamos desarrollando materiales para el tratamiento de quemaduras o lesiones a la piel. Hidrogeles de PVA-quitano, entrecruzados por radiación gamma conteniendo extractos de sangre de grado (*Croton lechleri*) presentaron actividad contra *S. aureus* y buenas propiedades cicatrizantes en quemaduras provocadas en conejos y en cortes en ratones [11-13].

En la búsqueda de nuevos aditivos naturales con propiedades biológicas para introducirlos en nuestros hidrogeles, hemos empezado el estudio del aceite de higuera por las propiedades mencionadas anteriormente. En este artículo presentamos nuestros resultados

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

preliminares sobre el efecto de la radiación gamma en las propiedades antioxidantes del aceite de higuera. Este estudio preliminar es importante, debido a que muchas de las propiedades biológicas de los productos naturales, están relacionadas con su actividad antioxidante [14].

2. Experimental

2.1 Generalidades

Las semillas de higuera proceden de la región de La Libertad. El aceite de higuera (ricino) fue obtenido en una farmacia local. El DPPH (1,1-difenil-2-picrilhidracilo) procede de Sigma-Aldrich y el etanol (99,9%) utilizado fue de grado HPLC. Se utilizó un espectrofotómetro UV-visible de Thermo Scientific, modelo Helios gamma. El irradiador gamma fue de marca Nordion, modelo Gammacell 220, con una fuente de cobalto-60.

2.2 Acondicionamiento del aceite de higuera

Las semillas de higuera, irradiadas a 3 y 5 kGy, fueron molidas y mezcladas con etanol para extraer el aceite. Luego de evaporar el etanol al vacío, se obtuvo un aceite transparente e incoloro. De otro lado, aceite de ricino comercial fue irradiado a 3, 5, 10, 15 y 20 kGy.

2.3 Medida de la actividad antioxidante

Estas medidas se realizaron por analogía a la literatura [15, 16].

Con ambos tipos de aceite se prepararon soluciones etanólicas, tomando 0,8; 0,6; 0,4 y 0,2 mL de aceite y completando a un mL con el solvente. Luego, 100 μ L de estas soluciones se mezclaron con 900 μ L de una solución etanólica de DPPH 100 μ M. Se midió la absorbancia de estas soluciones en un espectrofotómetro UV-visible. Las lecturas se registraron a 515 nm cada 30 segundos durante 20 minutos. Se utilizó etanol como blanco. Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

El porcentaje de inhibición del radical DPPH, PI se determinó a partir de la siguiente fórmula, donde $A_{(DPPH)}$ es la absorbancia de la solución inicial del DPPH, $A_{(muestra)}$ es la absorbancia de la solución inicial de DPPH a

la que se le ha agregado una cierta cantidad de la muestra a estudiar. Esta última lectura se tomó luego de esperar 20 minutos.

$$PI = [A_{(DPPH)} - A_{(muestra)}] / A_{(DPPH)} * 100$$

Igualmente se determinó el IC_{50} , que es la cantidad de muestra necesaria para inhibir al 50% la concentración de los radicales del DPPH. Para esto se graficó la absorbancia remanente de la solución de DPPH mezclada con las diferentes cantidades de aceite, $A_{(muestra)}$, en función de la concentración del aceite, siendo $A_{(DPPH)}$ equivalente al 100%.

3. Resultados y Discusión

La determinación de la actividad antioxidante de una muestra se basa en la neutralización de los radicales DPPH (Figura 1), en función de la concentración de dicha muestra. Compuestos con habilidad de donar un átomo de hidrógeno o un electrón, como los compuestos polifenólicos, pueden neutralizar estos radicales. La reacción es fácilmente monitoreada por espectroscopía UV-visible, ya que la solución del radical DPPH es de color violeta y presenta su absorbancia máxima entre 515-517 nm, mientras que la forma reducida es de color amarillo. Conforme los radicales de DPPH van siendo neutralizados, la absorbancia de la solución inicial va disminuyendo en intensidad en función a la cantidad de muestra adicionada [15-17].

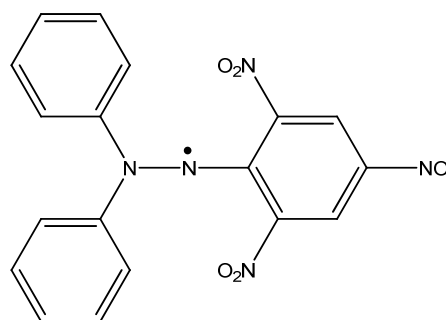


Figura 1. Estructura del radical DPPH.

La Tabla 1 muestra los valores obtenidos para el porcentaje de inhibición del DPPH e IC_{50} de las diferentes muestras de aceite obtenidos a partir de las semillas irradiadas, con una concentración de 0,6 mL de aceite en un mL de solución. El PI y el IC_{50} obtenidos son semejantes para las muestras irradiadas hasta

3 kGy. A partir de 5 kGy se advierte un descenso en el valor del porcentaje de actividad antioxidante y, consecuentemente, un incremento del IC₅₀.

Tabla 1. Porcentaje de Inhibición de DPPH e IC₅₀ del aceite de higuera, obtenido a partir de semillas irradiadas a diferentes dosis de radiación gamma.

Dosis (kGy)	Porcentaje de actividad antioxidante	IC ₅₀
0	89,97±0,06	0,24±0,003
3	91,91±0,19	0,26±0,003
5	72,29±1,28	0,40±0,008

Por otro lado, la neutralización de los radicales del DPPH es más rápida en el caso del aceite de ricino proveniente de semillas no irradiadas. En la Figura 2 se observa que el tiempo para obtener la absorbancia estacionaria es de 10 minutos para este aceite, mientras que para las otras muestras es de aproximadamente 20 minutos. El mayor tiempo que demora la muestra de aceite proveniente de semillas irradiadas a 5 kGy en secuestrar a los radicales libres DPPH podría explicarse por la presencia, en el aceite, de sustancias con menor actividad antioxidante. La liberación de estas sustancias de la pulpa durante la extracción del aceite con etanol habría sido facilitada por la irradiación de las semillas a 5 kGy. Esto también explicaría el mayor valor de IC₅₀ para esta muestra.

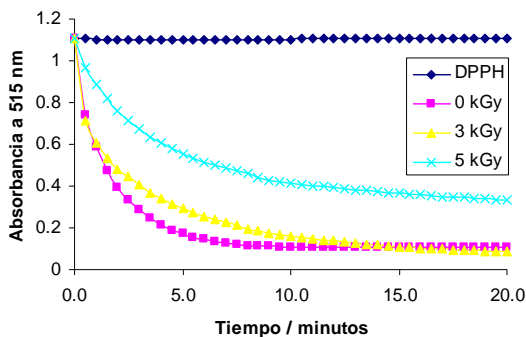


Figura 2. Cinética de Inhibición del radical DPPH con aceite de higuera obtenido a partir de semillas irradiadas.

En el caso de los aceites irradiados, los datos obtenidos para el PI e IC₅₀, para la misma concentración de aceite (0,6 mL de aceite en un mL de solución.), no han variado significativamente. El IC₅₀ se mantiene entre 0,26 y 0,29 mL de aceite por 0,9 mL de

DPPH. Estos valores son ligeramente mayores a los valores obtenidos con el aceite obtenido a partir de las semillas irradiadas.

Tabla 2. Porcentaje de Inhibición de DPPH y IC₅₀ del aceite de higuera, obtenido en una farmacia local, irradiado a diferentes dosis de radiación gamma.

Dosis (kGy)	Porcentaje de actividad antioxidante	IC ₅₀
0	93,47±0,64	0,28±0,00
3	90,57±1,40	0,29±0,002
5	95,38±0,09	0,28±0,003
10	89,46±0,08	0,26±0,004
15	85,72±0,09	0,27±0,005
20	91,39±0,08	0,28±0,006

La cinética de neutralización de los radicales DPPH con los aceites irradiados, Figura 3, sigue la misma tendencia que en el caso anterior. El aceite que no fue irradiado presenta una mayor velocidad de neutralización de los radicales del DPPH, obteniendo su nivel estacionario al cabo de 10 minutos, Figura 3. En todos los otros casos, la situación es muy similar, obteniéndose el nivel estacionario después de 20 minutos.

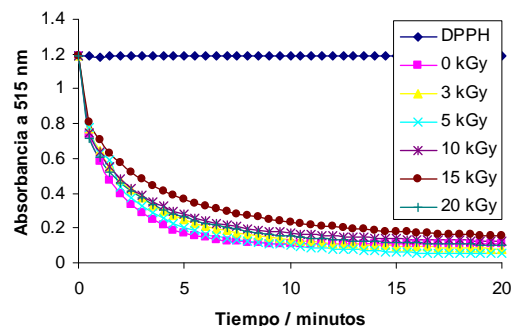


Figura 3. Cinética de Inhibición del radical DPPH con aceite de higuera irradiados a diferentes dosis.

La mayor capacidad para neutralizar los radicales DPPH del aceite de ricino obtenido a partir de las semillas irradiadas puede ser explicada por la forma en que se recuperó el aceite, extracción con etanol de la molienda de las semillas. Esta última manipulación podría haber extraído una cantidad adicional de polifenoles. En cambio el aceite de ricino comercial fue obtenido por prensado en frío.

Estudios de la actividad antioxidante de extractos metanólicos de hojas [18] y raíces [19] del *Ricinus communis* L. mostraron que estos extractos tienen una buena capacidad para neutralizar radicales del DPPH. Esta actividad es atribuida a la presencia de flavonoides y alcaloides en estos extractos [20]. Es lógico pensar que estos compuestos se encuentran igualmente presentes en el aceite. Faltan más experimentos para confirmar esta hipótesis.

De una manera general, la radiación gamma puede incrementar o disminuir la actividad antioxidante de extractos naturales. Por ejemplo, se ha reportado que extractos de hoja de té verde irradiados (10 y 20 kGy) incrementan significativamente su habilidad para neutralizar los radicales del DPPH [21]. En contraste, la irradiación de extractos metanólicos de pimienta negra provocó una disminución de la actividad antioxidante [22].

4. Conclusiones

La actividad antioxidante del aceite de ricino no varía mucho en función a la dosis de radiación gamma aplicada. A 15 kGy hay una disminución del 6 %. En cambio, cuando el aceite es obtenido a partir de las semillas irradiadas se obtiene una disminución significativa (20 %) a partir de 5 kGy.

Falta realizar más experimentos para confirmar estas tendencias.

5. Agradecimientos

Al Lic. J. Vargas e Ing. M. Linares por el servicio de irradiación gamma brindado.

6. Bibliografía

[1] Ogunniyi D. Castor oil: A vital industrial raw material. *Bioresource Technology* 2006; 97: 1086–1091.

[2] Sreenivasan B, Kamath N, Kane J. Studies on Castor Oil. I. Fatty Acid Composition of Castor Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 1956; 33(2): 61-66.

[3] Brinkworth C, Pigott E, Bourne D. Detection of Intact Ricin in Crude and Purified Extracts from Castor Beans Using Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization Mass Spectrometry. *Analytical Chemistry*. 2009; 8: 1529–1535.

[4] Audi J, Belson M, Patel M, Schier J, Osterloh J. Ricin Poisoning: A Comprehensive Review. *Journal of the American Medical Association*. 2005; 294(18): 2342-2351.

[5] Darby S, Miller M, Allen R. Forensic determination of ricin and the alkaloid marker ricinine from castor bean extracts. *Journal of Forensic Science*. 2001; 46(5):1033-42.

[6] Olguin M. Hair growth stimulant. United States Patent 6365199. 2002. Disponible en URL: <http://www.freepatentsonline.com/6365199.html?query=6365199&stemming=on>

[7] Carson S, Wiggins C, Overall K, Hebert J. Using a Castor Oil-Balsam of Peru-Trypsin Ointment to Assist in Healing Skin Graft Donor Sites. *Ostomy Wound Management*. 2008; 49(6): Disponible en URL: <http://www.o-wm.com/article/1759>

[8] Lapointe J. Burn treatment formulation and method of treating burns invention. US patent 20070003632. 2007. Disponible en URL:

<http://www.freepatentsonline.com/y2007/0003632.html?query=20070003632&stemming=on>

[9] Nyman D, Campbell K, Hersh E, Long K, Richardson K, Trieu V, Desai N, Hawkins M, Von Hoff D. Phase I and Pharmacokinetics Trial of ABI-007, a Novel Nanoparticle Formulation of Paclitaxel in Patients With Advanced Nonhematologic Malignancies. *Journal of Clinical Oncology*, 2005; 23(31): 7785-7793.

[10] Vieira C, Evangelista S, Cirillo R, Lippi A, Maggi C, Manzini S. Effect of ricinoleic acid in acute and subchronic experimental models of inflammation. *Mediators of Inflammation*, 2000; 9, 223–228.

[11] Carhuapoma W, Santiago J. Preparación de hidrogeles de quitosano-PVA por radiación gamma. *Revista de la Sociedad Química del Perú*. 2005; 71: 185-192.

[12] Carhuapoma W, Santiago J. Caracterización de hidrogeles de quitosano-alcohol polivinílico obtenidos por radiación gamma. *Revista Iberoamericana de Polímeros*. 2006; 6: 333-346.

- [13] Rojas N, León K, Villacaqui E, Santiago J. Tratamiento de quemaduras con películas de quitosano-alcohol polivinílico conteniendo sangre de grado: Reporte preliminar. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2007. Lima: Perú; 2008. p. 211-215.
- [14] Liao H, Banbury L, Leach D. Antioxidant activity of 45 Chinese herbs and the relationship with their TCM characteristics. Evidence-based Complementary and alternative medicine. 2007; 1-6. Disponible en URL: <http://ecam.oxfordjournals.org/cgi/reprint/ncm054v1>
- [15] Brand-Williams W, Berset C. Kinetics and Mechanisms of Antioxidant Activity using the DPPH• Free Radical Method. LWT Food Science & Technology., 1997; 30:609–615.
- [16] Brand-Williams W, Cuvelier M, C. Berset. Use of a Free Radical Method to Evaluate Antioxidant Activity. LWT Food Science & Technology, 1995; 28:25-30.
- [17] Molyneux P. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. Songklanakarin Journal of Science and Technology 2004; 26(2), 211-219.
- [18] Ilavarasan R, Mallika M, Venkataraman S. Anti-inflammatory and free radical scavenging activity of *Ricinus communis* root extract. Journal of Ethnopharmacology 2006; 103:478–480.
- [19] Singh P, Ambika, Chauhan S. Activity guided isolation of antioxidants from the leaves of *Ricinus communis* L. Food Chemistry 2009; 114:1069–1072.
- [20] Kang S, Cordell G, Soejarto D, Fong H. Alkaloids and Flavonoids from *Ricinus communis*. Journal of Natural Products. 1985; 48(1):155–156.
- [21] Jo C, Son J, Lee H, Byun M. Irradiation application for color removal and purification of green tea leaves extract. Radiation Physics and Chemistry. 2003; 66: 179–184.
- [22] Suhaj M, Rácová J, Polovka M, Brezová V. Effect of γ -irradiation on antioxidant activity of black pepper (*Piper nigrum* L.). Food Chemistry. 2006; 97:696–704.

Descontaminación microbiana de p prika en polvo (*Capsicum annuum L.*) mediante la tecnolog a de irradiaci n

Johnny Vargas^{1,2,*}, Marco Linares¹, M nica Vivanco¹, Emma Castro¹, Flor Quispe³

¹ Direcci n de Aplicaciones, Instituto Peruano de Energ a Nuclear, Av. Canad  1470, Lima 41, Per 

² Escuela de Post Grado-MIDU, Universidad Nacional del Callao, Av Juan Pablo 306 Callao 2, Per 

³ Probuysa E.I.R.L. Jr. Libertad 455, Lima 17, Per 

Resumen

Se presentan los resultados de la evaluaci n de las caracter sticas f sico-qu micas y sensoriales en p prika en polvo irradiadas a diferentes dosis de radiaci n gamma, con la finalidad de determinar la dosis m nima que reduzca la poblaci n microbiana a las especificaciones. Muestras de 500 g fueron irradiadas en un equipo Gammacell 220 a dosis de 0, 2, 4 y 7 kGy. La tasa de dosis inicial fue de 5,19 kGy/h. Utilizando los m todos recomendados por la FDA, AOAC y las NTP se realizaron an lisis de humedad, cenizas totales, cenizas insolubles en HCl, extracto et reo total, almid n, fibra cruda,  ndice de yodo y color asta, evaluaci n sensorial (Test descriptivo), an lisis microbiol gico (Aerobios mes filos, *Salmonella/Shigella*, coliformes totales, *Escherichia coli*, *Clostridium* sulfito reductor, hongos y levaduras). A las diferentes dosis ensayadas no se encontraron diferencias en los an lisis f sico-qu micos y sensoriales. La dosis m nima seleccionada fue de 7 kGy que reduce la poblaci n de microorganismos aerobios mes filos en 5 ciclos logar tmicos de $3,7 \times 10^6$ a $2,5 \times 10$ UFC/g. Asimismo, una dosis de 4 kGy fue suficiente para reducir la poblaci n de hongos en 3 ciclos logar tmicos de $5,0 \times 10^3$ a <10 UFC/g, cumpliendo con las especificaciones requeridas.

Abstract

In this work the results of an evaluation of the physico-chemical and organoleptic characteristics of p prika in powder, irradiated at various gamma radiation doses is presented, being the purpose, to determine the minimum dose that reduces microbial population to the specifications. Samples of 500 g were irradiated at the Gammacell 220 irradiator, at doses of 0, 2, 4 and 7 kGy. The initial dose rate was 5,19 kGy/h. Assays such as moisture, total ashes insoluble ashes in HCl, total ether extract, starch, crude fiber, iodine value, color horn, organoleptic evaluation (descriptive test) as well as microbiological tests (aerobic mesophiles, *Salmonella / Shigella*, total coliforms, *Escherichia coli*, *Clostridium* sulfite reducer, fungi and yeasts) were performed according methodologies recommended by FDA, AOAC and NTP. Results of physico-chemical and organoleptic assays in simples do not showed significant differences when irradiated at the various stipulated doses. The minimum dose selected was 7 kGy as it reduced microbial population of aerobic mesophiles in 4 logarithm cycles, i.e from $3,7 \times 10^6$ to $2,5 \times 10$ UFC/g. Likewise, a dose of 4 kGy was enough to reduce fungi population in 3 logarithm cycles, i.e. from $5,0 \times 10^3$ to <10 UFC/g, thus meeting the required specifications.

1. Introducci n

El Per  es el primer exportador mundial de p prika, especia susceptible a la contaminaci n microbiana. Las especias generalmente se encuentran contaminadas por diversos microorganismos, la p prika es susceptible a la contaminaci n con bacterias y hongos, durante la cosecha, procesamiento y almacenamiento.

Las especias contienen frecuentemente gran n mero de microorganismos causantes de

descomposici n o de enfermedades cuando se incorporan a los alimentos, la poblaci n microbiana puede sobrepasar el nivel de 108 UFC/g (cien millones de unidades de microorganismos formadores de colonias). La carga de hongos puede llegar a veces a $10^5 - 10^6$ UFC/g [1]. Algunos de sus usos como es el caso de la p prika est n dirigidos a la elaboraci n de embutidos, formulaciones en base a vegetales, pescado, productos de panader a, sopas y salsas preparadas [2]. Se

* Correspondencia autor: jvargas@ipen.gob.pe

debe tener en cuenta, que la p prika en polvo tambi n usada tal como es ofrecida, sin ning n tratamiento t rmico posterior, como en el caso del consumo de pizzas y productos de snack bar, lo cual es riesgoso para el consumidor [3].

El p prika se empez  a utilizar como especia por su capacidad de modificar el color de los alimentos, mejorar el aspecto y aportar caracter sticas organol pticas particulares.

Actualmente, se usa no solo como sazonador, sino tambi n como colorante en gran variedad de productos, principalmente en la industria l ctea (quesos, mantequillas, etc.), industria de los piensos (avicultura, piscicultura, ganader a, etc.), industria conservera (vegetales, hidrobiol gicos y c rnicos), industria de panificaci n (pasteles, galletas, etc.), gelatinas, pudines, embutidos y otros productos c rnicos, salsas, sopas, mayonesa, condimentos, bebidas refrescantes, congelados, polvos, jarabes, concentrados, industria cosm tica (l pices labiales, polvos faciales, etc.).

Frente a pol ticas de preservaci n del medio ambiente y las tendencias al uso de colorantes naturales a nivel mundial en reemplazo de los colorantes artificiales, el consumo de la p prika contin a en aumento ligado tambi n a los desarrollos en la tecnolog a de los colorantes naturales como son los extractos y concentrados hidrosolubles y liposolubles. El contenido de carotenoides del p prika puede sustituir el colorante Amarillo #5 y #6, a la Tartrazina y al Subset Yellow [4].

Por otro lado, la creciente demanda internacional por saborizantes y colorantes naturales ha permitido a la p prika consolidarse como uno de los principales productos de la agroexportaci n peruana, ubicando al pa s como el principal exportador mundial de la hortaliza. En el a o 2007 el Per  export  un total de US\$ 93.8 millones siendo el principal abastecedor del mercado de EE.UU. (con cerca del 70% del total de sus importaciones) y de la Uni n Europea (con cerca del 30% del total de sus importaciones [5]).

El objetivo de la irradiaci n en p prika en polvo fue, de reducir la poblaci n microbiana y hongos al nivel de las especificaciones, sin

alterar significativamente sus caracter sticas f sico-qu mica y sensorial.

No se utiliza la irradiaci n para la preservaci n de estos productos. La preservaci n se obtiene mediante el empaque, almacenamiento adecuado y secado apropiado.

El proceso de irradiaci n se aplica a estos productos en la forma en las cuales normalmente se preparan para su uso y comercializaci n. Las consideraciones usuales tomadas en cuenta son la calidad y el uso de las buenas pr cticas de producci n. La irradiaci n puede ser utilizada para corregir deficiencias de calidad. Deber  evitarse la excesiva contaminaci n con microorganismos antes de la irradiaci n [6].

2. Experimental

Las muestras provienen de una Industria Nacional. Los productos fueron irradiados en un Equipo de Irradiaci n Gammacell 220 previa dosimetr a Fricke y de acuerdo con la densidad y geometr a del producto nos permiti  hallar la tasa de dosis, para calcular los tiempos de exposici n a la radiaci n gamma, para evaluar las dosis seleccionadas. Para la dosimetr a se utiliz  el m todo ASTM E 1026 – 1995 Practice for Using the Fricke Reference Standard Dosimetry. Los m todos empleados en los an lisis f sico-qu micos de la AOAC, 7.005; 28.624; 30.003 1984 y la NTP ITINTEC 209.182.

Para el an lisis del almid n se utiliz  el m todo de Lane-Eynon. Los m todos empleados en los an lisis microbiol gicos fueron realizados de acuerdo con lo que se ala la FDA (6ta Edici n, 1984).

La evaluaci n sensorial se realiz  mediante la prueba de comparaci n que permite encontrar diferencias entre dos o m s muestras cuando estas son presentadas a los panelistas, quienes dan sus respuestas o calificaciones a trav s de t rminos descriptivos. Con el objeto de obtener una medici n cuantitativa se puntuaron los resultados sobre una escala hed nica de 1 a 5 puntos, donde:

Excelente	- 5 puntos
Bueno	- 4 puntos
Satisfactorio	- 3 puntos
Regular	- 2 puntos

Malo - 1 punto

En la aplicación de esta prueba intervinieron en el desarrollo de esta prueba 5 panelistas.

3. Resultados y Discusión

En la tabla 1 podemos apreciar que la pprika en polvo presenta una elevada contaminaci3n de aerobios mes3filos de $3,7 \times 10^6$ UFC/g y al aplicarse la dosis de 7 kGy se logra reducir 5 ciclos logartmicos a $2,5 \times 10$ UFC/g.

Tabla 1. Anlisis microbiol3gico en pprika.

DETERMINACIONES	Control	2 kGy	4 kGy	7 kGy
R. Aerobios mes3filos UFC/g	$3,7 \times 10^6$	$2,6 \times 10^7$	$1,4 \times 10^4$	$2,5 \times 10$
Recuento de Hongos UFC/g	$5,0 \times 10^5$	$5,0 \times 10^2$	<10	<10
Recuento Levaduras UFC/g	<10	<10	<10	<10
R. Hifas (Met. Howard)(%)	5	2	<10	<10
D. <i>Salmonella/Shigella</i> (25g)	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente
Coliformes totales (NMP/g)	<0,30	<0,30	<0,30	<0,30
Detecci3n <i>E. coli</i> (en 25g)	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente
R <i>Clostridium sulfito</i> UFC/g	10	<10	<10	<10

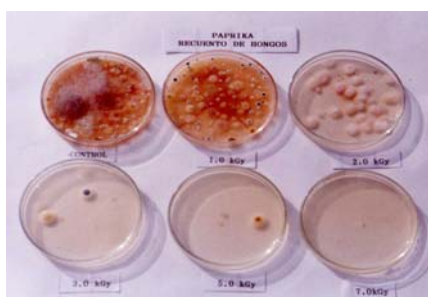


Figura 1. Recuento de hongos en pprika.

En lo que respecta a los hongos, podemos notar que fue suficiente una dosis de 4 kGy para reducir completamente su presencia en 3 ciclos logartmicos, de $5,0 \times 10^5$ UFC/g a <10 UFC/g. Tambi3n se encontr3 hifas en un 5% eliminndose a la dosis de 4 kGy.

Con una dosis de 2 kGy controlamos el recuento del *Clostridium sulfito reductor* de 10 UFC/g a <10 UFC/g.

Seg3n la Norma ITINTEC [7], las especificaciones microbiol3gicas para aerobios mes3filos tienen un valor mximo 1×10^5 UFC/g en recuento de hongos, levaduras y *Clostridium sulfito reductor* mximo 10 UFC/g, e hifas mximo 40 %.

En las muestras de pprika analizada no se encontraron levaduras, *Salmonella*,

Shigella, Coliformes totales, *Clostridium sulfito reductor* ni *Escherichia coli*.

En relaci3n con los anlisis fsico-qumicos no se encontraron diferencias a las diferentes dosis ensayadas y estn dentro de las especificaciones de la tabla 3, excepto en el porcentaje de humedad que exige un mximo de 11 % y los resultados de la investigaci3n arrojan resultados entre 15,54% para el control y 15,99 % para la dosis de 7 kGy, sin influir en estos datos las dosis administradas.

En el anlisis de almid3n, la norma demanda un mnimo de 0.5%, en las muestras ensayadas, para todos los tratamientos no se detect3 almid3n, tanto en la muestra control, como en las muestras irradiadas, por lo que el efecto de la radiaci3n no tiene influencia, en esta comparaci3n.

En los dems anlisis realizados como en cenizas totales, no se hallaron diferencias importantes, tenemos valores entre 5,76 % a 5,99 %, siendo 8 % el mximo requerido, al igual en cenizas insolubles en HCl entre 0,35 % del control y 0,36 % de la muestra irradiada a 7 kGy, siendo hasta 1.25 % el aceptado. En el extracto etereo total o grasa no hubo alteraci3n a las diferentes dosis ensayadas entre 13,70 % y 14,30 %, contra el mximo del 15 %, tambi3n en fibra cruda se mantuvo constante entre 20,06 y 20,21, debajo del mximo de 28 %.

En el ndice de yodo que nos sirve para medir el grado de saturaci3n de la grasa o aceite los valores arrojados son similares oscilando entre 91 a la dosis de 4 kGy y 97 de la muestra control.

En los anlisis de color ASTA (American Spice Trade Association), de suma importancia para la exportaci3n, no se encontraron diferencias significativas a las dosis ensayadas, con valores de 137 a 141, comparados con la clasificaci3n extra que permite un mnimo de 120 ASTA [8].

En lo que respecta al anlisis sensorial no se encontr3 diferencia entre el control y las diferentes dosis ensayadas, al evaluarse cuantitativamente los jueces panelistas calificaron con un promedio de puntaje de 4 sobre una escala hed3nica de 1 a 5, correspondiendo a este puntaje una calificaci3n de BUENO para todos los tratamientos.

Tabla 2. Análisis físico-químico en pprika.

DETERMINACION	Control	2 kGy	4kGy	7kGy
Humedad (%)	15,54	15,69	15,99	15,99
Cenizas totales (%)	5,87	5,76	5,82	5,99
Ceniza insoluble HCl%	0,35	0,37	0,36	0,36
Extracto etreo total (%)	13,94	13,70	14,30	13,76
Almidn (%) (*)	N Dt	N Dt	N Dt	N Dt
Fibra cruda (%)	20,06	20,21	20,2	20,12
ndice de Iodo	97	92	91	94
Color Asta	141	145	142	137

(*) N Dt = No Detectable

Tabla 3. Especificacin anlisis qumico pprika.

DETERMINACIN	ESPECIFICACIN	REFERENCIA
Humedad	Mximo 11.0 %	N. ITINTEC 209.190, 1982
Cenizas totales	Mximo 8.0 %	N. ITINTEC 209.190, 1982
Ceniza insolubleHCl	Mximo 1.25 %	N. ITINTEC 209.190, 1982
Extracto etreo total	Mximo 15.0 %	Cdigo Alimentario Argent.
Almidn	Mnimo 0.5 %	N. ITINTEC 209.190, 1982
Fibra cruda	Mximo 28.0 %	N. ITINTEC 209.190, 1982
ndice de Iodo	Mximo 136	N. Mexicana – F -001,1982
Color Asta	Mnimo 120	Cdigo Alimentario Argentino 2008

Tabla 4. Anlisis sensorial en pprika.

Tributo	Control	2 kGy	4kGy	7kGy
Color	Rojo oscuro	Rojo oscuro	Rojo oscuro	Rojo oscuro
Olor	Aromtico Caracterstico	Aromtico Caracterstico	Aromtico Caracterstico	Aromtico Caracterstico
Sabor	Picante Caracterstico	Picante Caracterstico	Picante Caracterstico	Picante Caracterstico
Calific	Bueno	Bueno	Bueno	Bueno
Puntos	4	4	4	4

4. Conclusiones

- La muestra present una calidad microbiolgica deficiente con predominio de microorganismos aerobios mesfilos de $3,7 \times 10^6$ UFC/g y recuento de hongos de 5×10^3 UFC/g.
- No se encontraron levaduras, coliformes totales, *Salmonella/Shiguella*, *Clostridium* sulfito reductor ni *Escherichia coli*.
- Dosis de 7 kGy en pprika en polvo reduce la poblacin de microorganismos de aerobios mesfilos en 5 ciclos logartmicos, de $3,7 \times 10^6$ UFC/g a $2,5 \times 10^3$ UFC/g cumpliendo con las especificaciones requeridas.
- Dosis de 4 kGy es suficiente para reducir la poblacin de hongos en 3 ciclos logartmicos de $5,0 \times 10^3$ UFC/g a <10 UFC/g.

- A dosis de 7 kGy las caractersticas fsico-qumicas y la evaluacin sensorial no son afectadas significativamente.
- De acuerdo con los resultados la dosis mnima ptima seleccionada que redujo la poblacin microbiana a las especificaciones requeridas, sin alterar las caractersticas intrnsecas de la pprika en polvo fue de 7 kGy.

5. Bibliografa

- [1]. Farkas J. Tratamiento de las Especies por Irradiacin. La Irradiacin de Alimentos en Latinoamrica. IAEA TECDOC 331.Viena: Austria; 1985. p. 123-143.
- [2]. Wittig de Penna *et al.* Evaluacin sensorial de pimentn en polvo (*Capsicum Annum*) irradiado. Nucleotcnica. 1990 Abr; 10(18): 47-54.
- [3]. Vivanco M, Vargas J. Evaluacin de pprika en polvo irradiado. En: Instituto Peruano de Energa Nuclear. Informe Cientfico Tecnolgico 2004. Lima: Per; 2005. p. 129-131.
- [4]. Derinat. Pprika. [serie en internet (2007). Disponible en URL : <http://www.derinat.com/paprika.htm>
- [5]. Centrum Catlica. Pprika peruana en el mercado internacional. Reporte Anual (2008). [serie en internet]. Disponible en URL : http://1.1.1.1/856728632/855818288T081124120043.txt.binXMysM0dapplication/pdfXsysM0dhttp://www.centrum2.pucp.edu.pe/ce_maldia/informes_pdf/Ficha_pprika_2008_pdf.
- [6]. Documento GCIA N 5.(1991). Cdigo de las buenas practicas de irradiacin para el control de patgeno y otra microflora en especias, hierbas y otros sazonadores Vegetales. FAO/OIEA/OMS, Viena.
- [7]. Norma ITINTEC 209,239 Aj panca (1984).
- [8]. Cdigo Alimentario Argentino. Resolucin Conjunta 92/2008 y 355/2008. (2008). [serie en internet]. Disponible en URL : <http://www.senasa.gov.ar/contenido.php?to=n&in=1197&ino=1197&io=7854>

Irradiación del omeprazol con rayos gamma para uso médico-farmacéutico: Estudio preliminar

Emma Castro^{1,*}, Marco Linares², Johnny Vargas², Mónica Vivanco²

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos (LIPM). Dirección de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación (LI). Dirección de Aplicaciones. Dirección de Servicios Radiológicos Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

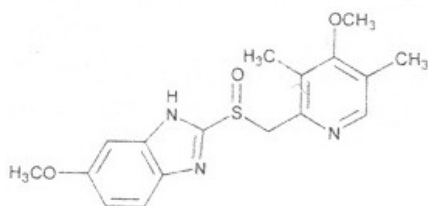
El presente trabajo, tiene como propósito determinar una dosis de irradiación que permita la descontaminación del omeprazol en pellets, sin que se alteren sus propiedades, de modo que pueda irradiarse comercialmente. El estudio implicó la irradiación de muestras a las dosis de 2, 3, 5, 8, 12 y 25 kGy. Para la irradiación del producto se realizaron pruebas dosimétricas y posteriormente se llevaron a cabo pruebas microbiológicas y organolépticas en muestras irradiadas y no irradiadas para evaluar el comportamiento del producto frente a la radiación gamma.

Abstract

The aim of this work is to decontaminate omeprazole in pellets through gamma radiation without altering its properties, thus allowing its commercial irradiation. Samples of the product were irradiated at doses of 2, 3, 5, 8, 12 and 25 kGy. Prior, irradiation, dosimetric tests were performed and subsequently microbiological as well as organoleptic tests were also performed in irradiated and non - irradiated samples in order to assess omeprazol behavior regarding gamma radiation.

1. Introducción

El omeprazol es un fármaco reportado en la Pharmacopea USA en sus monografías oficiales. Su estructura química, fórmula molecular y peso molecular se presentan a continuación:



C₁₇H₁₉N₃O₃S ; PM: 345,42 g/mol

Figura 1. Estructura química, fórmula molecular y peso molecular del Omeprazol [1].

El omeprazol es un inhibidor de la bomba de protones en la célula parietal gástrica, que impide el transporte final de H⁺ al lumen gástrico por lo que reduce la secreción de ácido gástrico. Está indicado para el tratamiento de: úlcera gástrica benigna, úlcera duodenal o erosiones gastroduodenales; hemorragia por úlcera

gastroduodenal; esofagitis por reflujo; síndrome de Zollinger-Ellison; dispepsia no ulcerosa; síntomas de la parte superior del tubo digestivo asociados al tratamiento con antiinflamatorios no esteroideos, erradicación del *Helicobacter pylori*, en combinación con antibióticos; también para el tratamiento del síndrome de Zollinger-Ellison. En pacientes úlceroso se utiliza para prevenir sangramiento del esófago o la formación de nuevas úlceras [2,3,4]. Por otro lado, algunos estudios han demostrado que, dependiendo de la concentración, el omeprazol puede inhibir o estimular la regeneración del hígado [5].

El omeprazol se comercializa bajo diversas presentaciones, muchas de ellas patentadas a nivel mundial [6]. Una de sus presentaciones principales es en cápsulas con pellets, de liberación retardada.

Uno de los requisitos indispensables para el uso del omeprazol como medicamento, es que esté libre de microorganismos.

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

El omeprazol es sensible al calor, por lo que el método de descontaminación que se emplee no debe aumentar la temperatura del producto durante su procesamiento.

La radiación gamma, proveniente del Cobalto-60, es un agente eficaz para la descontaminación de productos médicos y fármacos. Permite tratar al producto en su empaque final por su gran capacidad de penetración y no produce aumento de la temperatura durante el procesamiento. La radiación gamma se aplica también en materias primas, que forman parte de un proceso de producción, como aseguramiento de la calidad microbiológica de todo el proceso de producción.

Se conoce de procesos patentados en los que el omeprazol ha sido tratado con radiación gamma con fines de esterilización a la dosis de 25 kGy [7].

El propósito de este estudio preliminar es determinar la dosis de radiación gamma a la cual el producto omeprazol es descontaminado, sin que ésta afecte sus propiedades, de modo que pueda irradiarse de manera comercial.

2. Metodología

Este trabajo se realizó con 1800 g de producto, entregados por la empresa proveedora, bajo la presentación, en pellets. El producto no cumplía con los requisitos microbiológicos especificados para la prueba de Recuento Total de Aerobios Mesófilos que acepta un máximo de 1000 UFC/g.

2.1 *Dispensación y empaqueo de muestras del omeprazol en pellets*

Esta actividad se realizó bajo flujo laminar para no contaminar al producto y con el objeto de fraccionarlo en muestras para la realización de las pruebas previstas. Así, se empacaron y separaron 1067,1 g para la prueba dosimétrica y el resto de producto se dispuso en muestras de 10 g, las que fueron triplemente empacadas en envolturas de polietileno de alta densidad. Posteriormente, se separaron en grupos de 10 muestras cada uno, previendo irradiar cada grupo con una dosis de irradiación diferente, y dejar un grupo de muestras sin irradiar, al que se denominó control.

2.2 *Dosimetría e irradiación de las muestras*

Las técnicas dosimétricas utilizadas para el mapeo de las dosis en la cámara de irradiación así como para medir las dosis absorbidas por el producto fueron Fricke como referencia y el Etanol Clorobenceno (ECB), como dosímetro de rutina [8,9]. Se utilizaron en total 15 ámpulas con solución dosimétrica; las cuales fueron irradiadas a 05 tiempos diferentes junto con el producto, el peso total del mismo fue 1067,1 g con una densidad aparente en la cámara de irradiación de 0,302 g/cc.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canada, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 13 463 Ci (04-01-2008), donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV VIS, Lambda 2, donde se realizaron las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. A modo de control, durante la irradiación se colocaron con la muestra, dosímetros de etanol clorobenceno cuya conductividad luego de irradiados, se midió en el Oscilotrator/TRIEM.

Las dosis de irradiación aplicadas a las muestras de omeprazol, fueron 2, 3, 5, 8, 12 y 25 kGy. Por cada dosis se irradiaron 10 muestras de 10 g cada una.

2.3 *Análisis microbiológicos*

Las pruebas microbiológicas incluyen el recuento total de aerobios mesófilos [10]. Los equipos que se utilizaron para la realización de estos análisis fueron: Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo utilizados fueron: Caldo Casoy, Agar Casoy, todos productos de Merck.

2.4 *Características organolépticas*

Por el método visual se observó la apariencia, color, así como el olor de todas las muestras, irradiadas así como de la muestra control, para determinar variaciones en sus características físicas.

3. Resultados y Discusión

En lo que se refiere a las pruebas dosimétricas, los resultados fueron los siguientes: en aire el valor de la tasa de dosis fue de $9,082815 \pm 0,20024$ kGy/h siendo el error de 1,17924% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canadá (Tabla 1). El mapeo de la dosis del producto en la cámara de irradiación determinó una tasa de dosis mínima de 6,3806 kGy/h y una tasa de dosis máxima de 12,1963 kGy/h (Tabla 2). La uniformidad de dosis hallada fue de 1,91145, valor dentro del rango esperado para el equipo de irradiación y el peso del producto. La lectura del dosímetro de etanol clorobenceno, colocado en el sitio de dosis mínima al irradiar las muestras a 2, 3, 5, 8, 12 y 25 kGy indicó variaciones menores al 6%.

La Tabla 3 muestra los resultados de los ensayos microbiológicos realizados. A una dosis de 5 kGy se observa que el producto está libre de carga microbiana.

En cuanto a las características organolépticas, en las Figuras 2 y 3 se aprecia el color de las muestras de omeprazol en pellets tratadas a las dosis de radiación de 0, 3, 5 y 8 kGy; y de 0, 12 y 25 kGy, respectivamente en la Figura 2, se presenta la muestra control y la tratada a la dosis de 25 kGy.

Tabla 1. Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en aire.

Tiempo (s)	Dosis (kGy)
15	0.05024
25	0.07645
35	0.10175
45	0.12579
55	0.15172
Estadísticas de la regresión	
Coefficiente de correlación múltiple	0.9999054
Coefficiente de determinación R ²	0.9998108
R ² ajustado	0.9997478
Error típico	0.0006335
Observaciones	5
Coeficientes	
Intercepción	0.0128870
Variable X 1	0.0025230

Tabla 2. Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en el producto.

Tiempo [s]	Dosis mínima	Dosis máxima
20	0.06143	0.08957
30	0.07847	0.12096
40	0.09823	0.15938
50	0.11392	0.20755
60	0.13394	0.21566
Estadísticas de la regresión para la Dosis Mínima		
Coeficiente de correlación múltiple		0.999417218
Coeficiente de determinación R ²		0.998834776
R ² ajustado		0.998446368
Error típico		0.001125495
Observaciones		5
Coeficientes		
Intercepción		0.02500303
Variable X 1 (Min)		0.001804872
Estadísticas de la regresión para la Dosis Máxima		
Coeficiente de correlación múltiple		0.98476863
Coeficiente de determinación R ²		0.96976926
R ² ajustado		0.95969235
Error típico		0.01092080
Observaciones		5
Coeficientes		
Intercepción		0.023108861
Variable X 2 (Max)		0.003387856

Tabla 3. Pruebas microbiológicas en Omeprazol en Pellets.

Prueba	Dosis[kGy]				
	0	2	3	5	8
Recuento Total de Aerobios Mesófilos [UFC/g]	20x 10 ²	60 x 10	3 x10	< 10	< 10

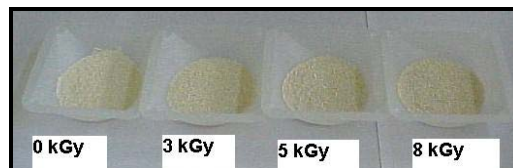


Figura 2. Diferencia de color entre muestras de Omeprazol en pellets, irradiadas a 0, 3, 5 y 8 kGy.



Figura 3. Diferencia de color entre muestras de Omeprazol en pellets irradiadas a 0, 12 y 25 kGy.

En las Tablas 4 y 5 se describen las características físicas y organolépticas de las muestras de omeprazol en pellets control (0 kGy) e irradiadas.

Tabla 4. Características Físicas del producto omeprazol en pellets: Dosis: 0, 3, 5 y 8 kGy.

Dosis/ propiedades físicas	0 kGy	3 kGy	5 kGy	8k Gy
Olor	Inodoro	Inodoro	Inodoro	Inodoro
Color	Blanco	Blanco, ligeramente grisáceo	Blanco, grisáceo	Blanco grisáceo
Apariencia	Pellets	Pellets	Pellets	Pellets

Tabla 5: Características Físicas del producto omeprazol en pellets, Dosis: 0, 12 y 25 kGy.

Dosis/ Propiedades Físicas	0 kGy	12 kGy	25 kGy
Olor	Inodoro	Inodoro	Inodoro
Color	Blanco	Blanco, grisáceo	Blanco, muy grisáceo
Apariencia	Pellets	Pellets	Pellets

El olor se mantuvo similar al control incluso a 25 kGy. Se aprecia que hubo un cambio de color en las muestras irradiadas, a medida que aumenta la dosis, los pellets adquieren una coloración grisácea. Esta coloración se acentúa en las muestras tratadas a 25 kGy.

4. Conclusiones

Las pruebas dosimétricas permitieron aplicar dosis exactas de manera precisa y segura al producto con una relación entre dosis máxima y dosis mínima (uniformidad de dosis) de 1,91145. A la dosis de 5 kGy se descontamina el producto.

El olor del omeprazol no se altera luego de irradiado, incluso a 25 kGy.

El color blanco del producto sin irradiar, adquiere una coloración grisácea, la que se acentúa a medida que aumenta la dosis.

Para completar este trabajo, se recomienda, realizar pruebas, en las muestras irradiadas, de FT-IR, pérdida de humedad por secado y otras que se consideren pertinentes. Esto permitirá conocer posibles cambios en las propiedades del producto debidos a la radiación gamma.

5. Bibliografía

- [1] US Pharmacopea 30, 2007. Monografías Oficiales. p. 3087.
- [2] E. Carracedo Martínez. Enantiómeros puros partiendo de sus racémicos ¿Realmente se beneficia el paciente? FAP • Volumen 3, N.º 1 2005 [homepage de Internet]. Disponible en: <http://1.1.1.1/914439856/838049912T090615114248.txt.binXMysM0dapplication/pdfXsysM0dhttp://www.sefap.org/revista/pdf/3.1.4.pdf>
- [3] MedlinePlus Drug Information. Omeprazole. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.nlm.nih.gov/medlineplus/druginf/omeds/a693050.html>
- [4] Informe Técnico N° 25 -2005: Omeprazol ampolla por 40 mg. Dirección Ejecutiva de Acceso y Uso de Medicamentos. Area de Uso Racional de Medicamentos MINSA – Digemid [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.digemid.minsa.gob.pe/daum/informes%20de%20evaluacion/25%20Omeprazol%20DISA%20LIMA%20CIUDAD.pdf>
- [5] Barreto de Melo, Gustavo. Efeito do omeprazol e do pantoprazol sobre a regeneração hepática após hepatectomia parcial em ratos. Acta Cirúrgica Brasileira. 2003; 18(6).
- [6] US Pharmacopea 30, 2007. Monografías Oficiales. p. 2829-31.
- [7] Patent title: Parenteral Formulation Comprising Proton Pump Inhibitor Sterilized in its Final Container by Ionizing Radiation USPC Class: 514338. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.faqs.org/patents/app/20090111856>
- [8] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.
- [9] Norma ASTM 51538-2002-E. Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System.
- [10] US Pharmacopea 30 (61), 2007.

Irradiación de concha de nácar para aplicaciones cosméticas: Estudio preliminar

Emma Castro^{1,*}, Marco Linares², Johnny Vargas², Mónica Vivanco²

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos (LIPM). Dirección de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación (LI). Dirección de Aplicaciones. Dirección de Servicios Radiológicos Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El propósito de este estudio es encontrar una dosis de radiación gamma que descontamine el producto concha de nácar en polvo, sin afectar sus propiedades, de modo que pueda ser comercializado por empresas de la industria cosmética. Así, muestras del producto, fueron tratadas con radiación gamma a las dosis de 3, 6, 8, 12, y 25 kGy realizándose previamente las pruebas dosimétricas pertinentes. A las muestras irradiadas y al control, sin irradiar, se les realizaron pruebas microbiológicas y físico-químicas y organolépticas indicadas por las especificaciones del producto. De acuerdo con la carga microbiana inicial del producto, se determinó que la dosis mínima de 6 kGy era suficiente para descontaminarlo. De igual modo, se observó que, a esa dosis, las propiedades organolépticas del producto no sufrieron cambios significativos con respecto al control.

Abstract

Mother of pearl is a product used by the cosmetic industry for the elaboration of various products, principally for skin care and regeneration. Due to its origin and obtaining method, prior commercialization, it requires to be exposed to a decontaminated procedure. The purpose of this study is to find a gamma radiation decontaminated dose that would not alter properties of mother of pearl. Thus, samples of mother of pearl in powder were treated with gamma radiation at doses of 3, 6, 8, 12 y 25 kGy, previously performing dosimetric assays. Microbiological, physico-chemical and organoleptic tests, indicated by the product specifications, were performed to the irradiated and control samples in order to determine the optimal decontamination dose. According to the initial bioburden of samples, it was determined that a dose of 6 kGy was enough to decontaminate the product. Organoleptic properties as well as solubility and reaction to ascorbic acid remained almost unchanged even at the highest dose. In order to complete this preliminary study other tests, such as FT- IR and loss on drying must be performed.

1. Introducción

El polvo de concha de nácar se extrae de moluscos bivalvos que poseen concha, cuya parte interna está revestida por nácar. Este material está compuesto por una matriz orgánica formada por proteínas, principalmente la conquiolina (glicina y alanina) y polisacáridos (5 %) y una matriz inorgánica compuesta de carbonato de calcio cristalizado (95 %), denominado aragonita. Este mineral está dispuesto a manera de plaquetas estructuradas en continuas láminas paralelas, que se encuentran separadas y compactadas por secciones de la matriz orgánica, formándose laminillas que con la reflexión de la luz producen el efecto iridiscente característico del nácar. Esta estructura le

confiere una gran resistencia a la fractura [1].

Por otro lado, el polvo de concha de nácar ha sido utilizado desde la antigüedad con fines cosméticos, especialmente en la China. De igual modo, se ha reportado que en el antiguo Perú se mezclaba el polvo de concha de nácar con jugo de limón para obtener una pasta que luego se usaba para el cuidado de la piel [2]. Se menciona que la concha de nácar promueve la regeneración de la piel, elimina manchas, posee un efecto blanqueador y exfoliante así como también atenúa las cicatrices y alivia el acné, mantiene la piel hidratada y posee propiedades anti-edad. De allí que, en la actualidad, la industria

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

cosmética, utilice el polvo de concha de nácar para la fabricación de productos tan variados como, cremas cicatrizantes [3], hidratantes, despigmentantes, exfoliantes, jabones, filtros solares, polvos para compactos y sombras así como para esmaltes de uñas [4]. Por otro lado, se han realizado estudios que demuestran que la concha de nácar estimula la formación de células óseas en las vértebras. Esto combinado con sus propiedades mecánicas vuelve promisorio su uso en cirugía ortopédica [5,6].

Por su origen y método de procesamiento, previa manufactura de los productos cosméticos, el polvo de concha de nácar requiere ser sometido a un método de descontaminación. La radiación gamma, proveniente del Cobalto-60 es un método eficaz para disminuir la contaminación microbiana. Una de sus ventajas frente a otros métodos es su capacidad de penetración y que el producto puede tratarse en su empaque final. Igualmente, el aumento de la temperatura durante el procesamiento es insignificante, por lo que es posible tratar productos sensibles al calor.

Asimismo, el IPEN brinda el servicio comercial de descontaminación microbiana de productos de origen natural, que sirven de base para la preparación de productos de uso cosmético, como es el caso de la concha de nácar. Existen referencias de la irradiación del polvo de concha de nácar con fines de esterilización durante el proceso de obtención [7].

El propósito de este trabajo es realizar un estudio preliminar sobre los efectos de la radiación gamma en el producto, concha de nácar en su presentación en polvo, tratado con un rango de dosis que permita su descontaminación sin modificar sus propiedades físico-químicas.

2. Metodología

Se trabajó con concha de nácar en polvo, producto bajo la presentación a granel, entregado por el fabricante, que no cumplía con los requisitos microbiológicos especificados para las pruebas de Recuento Total de Aerobios Mesófilos ni de Recuento Total Combinado de Hongos Filamentosos y Levaduras, por lo que su comercialización no era posible.

Para determinar el rango de dosis de irradiación, por aplicar a las muestras del producto, se realizó previamente el análisis microbiológico a la muestra control, sin irradiar.

2.1 Empacado del polvo de concha de nácar

Esta actividad se llevó a cabo bajo flujo laminar con el objeto de fraccionar la muestra entregada, en envases de menor volumen.

2.2 Dosimetría e irradiación de las muestras

Mediante la dosimetría se miden las dosis absorbidas por el producto y es posible calibrar los tiempos de irradiación según sea la dosis por aplicar para lograr un efecto deseado. Los sistemas dosimétricos empleados fueron: Fricke como referencia, según la Norma ASTM E1026-04 [8] y el Etanol Clorobenceno (ECB), como rutina, según la Norma ISO/ASTM 51538:2002 (E) [9].

Se utilizaron en total 15 ámpulas con solución dosimétrica; las cuales fueron irradiadas a 05 tiempos diferentes junto con el producto, el peso total del mismo fue 1500 g con una densidad aparente en la cámara de irradiación de 0,424 g/cc.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canadá, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 15 355 Ci (04-01-2007), donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV VIS, Lambda 2, donde se realizaron las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. A modo de control, durante la irradiación se colocaron con la muestra, dosímetros de etanol clorobenceno cuya conductividad luego de irradiados, se midieron en el Oscilóttrator/TRIEM. Las dosis de irradiación aplicadas fueron 3, 6, 8, 12 y 25 kGy.

2.3 Análisis microbiológicos

Las pruebas incluyen el recuento total de aerobios mesófilos y el recuento total combinado de hongos filamentosos y levaduras.

Los equipos que se utilizaron para la realización de estos análisis fueron:

Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo que se utilizaron fueron: Caldo Casoy, Agar Casoy, Agar Sabouraud Dextrosa 4% de Merck. Los ensayos se realizaron según la US Pharmacopea [10].

2.4 Análisis físico-químico

Estas pruebas incluyen, la reacción al ácido ascórbico y solubilidad. Los ensayos se realizaron de acuerdo a método entregado por el proveedor del producto y por el método establecido en la US Pharmacopea [11], respectivamente.

2.5 Características organolépticas

Por el método visual se observó la apariencia, color, olor y textura de todas las muestras, irradiadas y el control, para determinar variaciones en sus características físicas.



Figura 1. Diferencia de color entre muestras de concha de nácar en polvo, irradiadas a 0, 3, 6 y 8 kGy.

3. Discusión de Resultados

3.1 Resultados

En lo que se refiere a las pruebas dosimétricas, los resultados fueron los siguientes, en aire el valor de la tasa de dosis fue de $9,820009 \pm 0,324163$ kGy/h siendo el error de 0,367759% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canadá. El mapeo de la dosis del producto en la cámara de irradiación al 22/09/08 determinó una tasa de dosis mínima de 6,3779 kGy/h y una tasa dosis máxima de 10,9937 kGy/h. La uniformidad de dosis hallada fue de 1,7320 valor dentro del rango esperado para el equipo de irradiación y el peso del producto. La lectura del dosímetro de etanol clorobenceno, colocado en el sitio de dosis mínima al irradiar las muestras a 3 kGy, indicó variaciones menores al 6 %. En las

Tablas 1 y 2 se muestran los resultados de las pruebas dosimétricas en aire y producto, respectivamente.

Tabla 1. Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en aire.

Tiempo (s)	Dosis (kGy)
15	0,05344
25	0,08137
35	0,10723
45	0,13438
55	0,16332
Estadísticas de la regresión	
Coefficiente de correlación múltiple	0,9998387
Coefficiente de determinación R ²	0,9996773
R ² ajustado	0,9995698
Error típico	0,0008947
Observaciones	5
Coeficientes	
Intercepción	0,0124754
Variable X 1	0,0027278

Tabla 2. Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en el producto.

Tiempo [s]	Dosis mínima	Dosis máxima
20	0.04117	0,07496
30	0.06001	0,10650
40	0.07885	0,13846
50	0.09503	0,16938
60	0.11224	0,19621
Estadísticas de la regresión para la Dosis Mínima		
Coefficiente de correlación múltiple	0,9994905	
Coefficiente de determinación R ²	0,9989813	
R ² ajustado	0,9986417	
Error típico	0,0010329	
Observaciones	5	
Coeficientes		
Intercepción	0,0065951	
Variable X 1 (Min)	0,0017717	
Estadísticas de la regresión para la Dosis Máxima		
Coefficiente de correlación múltiple	0,9994716	
Coefficiente de determinación R ²	0,9989436	
R ² ajustado	0,9985914	
Error típico	0,0018131	
Observaciones	5	
Coeficientes		
Intercepción	0,014952	
Variable X 2 (Max)	0,003054	

En la Tabla 3 se muestra los resultados de los ensayos microbiológicos realizados.

Tabla 3. Pruebas microbiológicas en polvo de concha de nácar.

Prueba	Dosis[kGy]			
	0	3	6	8
Recuento Total de Aerobios Mesófilos [UFC/g]	30 x 10 ⁵	60 x 10	< 10	< 10
Recuento Total de Hongos Filamentosos y Levaduras [UFC/g]	20 x 10 ²	< 10	< 10	< 10

A la dosis de 6 kGy se observa que el producto está libre de carga microbiana.

En cuanto a las características organolépticas, en las Figuras 1 y 2 se aprecian el color de las muestras de concha de nácar en polvo tratadas a las dosis de radiación de 0, 3, 6 y 8 kGy; y de 0, 12 y 25 kGy, respectivamente.

**Figura 2.** Diferencia de color entre muestras de concha de nácar en polvo irradiadas a 0, 12 y 25 kGy.

A partir de estas fotografías se aprecia que hubo un ligero cambio de color en las muestras irradiadas con respecto al control y que a medida que aumenta la dosis este color se acentúa, adquiriendo una coloración crema-grisácea como se observa en la muestra tratada con 25 kGy.

Tabla 4. Características físicas-químicas y organolépticas del producto concha de nácar en polvo: Dosis: 0, 3, 6 y 8 kGy.

Dosis/Propiedades Físicas	0 kGy	3 kGy	6 kGy	8 kGy
Olor	Característico	Característico	Característico	Característico
Color	Blanco, crema nacarado	Blanco, crema nacarado	Blanco, crema nacarado	Blanco, crema-grisácea nacarado
Apariencia	Polvo	Polvo	Polvo	Polvo
Textura	No muy fina, granulada	No muy fina, granulada	No muy fina, granulada	No muy fina, granulada
Reacción al Acido Ascórbico	Reacciona	Reacciona	Reacciona	Reacciona
Solubilidad	Insoluble en agua	Insoluble en agua	Insoluble en agua	Insoluble en agua

En las Tablas 4 y 5 se describen características físico-químicas y organolépticas de las muestras de polvo de concha de nácar, control (0 kGy) e irradiadas.

Tabla 5. Características físicas-químicas y organolépticas del producto concha de nácar en polvo: Dosis: 0, 12 y 25 kGy.

Dosis/Propiedades Físicas	0 kGy	12 kGy	25 kGy
Olor	Característico	Característico	Característico
Color	Blanco, crema nacarado	Blanco, crema-grisácea nacarado	Blanco, crema-grisácea nacarado
Apariencia	Polvo	Polvo	Polvo
Textura	No muy fina, granulada	No muy fina, granulada	No muy fina, granulada
Reacción al Acido Ascórbico	Reacciona	Reacciona	Reacciona
Solubilidad	Insoluble en agua	Insoluble en agua	Insoluble en agua

De las tablas 4 y 5, se observa que el olor característico del producto se mantuvo, similar al control incluso a 25 kGy. Por otro lado, los resultados de las pruebas de reacción al ácido ascórbico y de solubilidad no varían con respecto al control, incluso a 25 kGy.

4. Conclusiones

- Las pruebas dosimétricas permitieron aplicar dosis exactas de manera precisa y segura al producto con una relación entre dosis máxima y dosis mínima (uniformidad de dosis) de 1,7320.
- A una dosis de 6 kGy se logra la descontaminación del producto.
- Las propiedades organolépticas del producto no varían significativamente incluso a la dosis de 25 kGy, si bien el color blanco crema del producto sin irradiar, adquiere una coloración grisácea, la que se acentúa a medida que aumenta la dosis.
- Las pruebas físico-químicas de reacción al ácido ascórbico y de solubilidad, realizadas a las muestras irradiadas del producto, no muestran variaciones, con respecto a la muestra sin irradiar, incluso a la dosis de 25 kGy.

Para completar este trabajo, se recomienda, realizar pruebas, en las muestras irradiadas y control, de FT-IR, pérdida de humedad por secado y otras que se consideren pertinentes. Esto permitirá conocer posibles cambios en el producto debidos a la radiación gamma.

5. Bibliografía

- [1] Pastor J, *et al.* Comportamiento mecánico de la madreperla. *Anales de Mecánica de la Fractura*. 2001; 18:237-243.
- [2] Inkanatura. Crema de concha de nacar. Serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.inkanat.com/es/infosalud/concha-de-nacar.html>
- [3] Ramirez Zuleta MA, inventor. Crema anticicatrizante a base de conquiolina. Solicitud de Patente 96 59595 Secu even. 0. Disponible en: <http://co.patentesonline.com/crema-anticicatrizante-a-base-conquiolina-37129.html>
- [4] Ginette Godbout, Ville St-Laurent. Nail cosmetic compositions. US patent 2004/0005280 A1. 2002 may 10. Disponible en URL: <http://www.google.com.pe/patents?hl=es&lr=&vid=USPATAPP10435200&id=gNqHAAA AEB AJ&oi=fnd&dq=mother+of+pearl+pow der+cosmetics+nacre>
- [5] Meriem Lamghari *et al.* Bone reactions to nacre injected percutaneously into the vertebrae of sheep. *Biomaterials*. 2001 march; 22(6):555-62.
- [6] Delattre O, *et al.* Use of mother of pearl as a bone substitute-Experimental study in sheep. *European Journal of Orthopaedic Surgery and Traumatology*. 1997; 7:143-147.
- [7] Lopez E, *et al.*, inventors. Method for preparing a composition by extraction of mother-of-pearl, composition obtained by said method and use thereof in cosmetic and dermatology. US patent 6,936,280 B1. 2005 aug 30. Disponible en URL: <http://www.google.com.pe/patents?hl=es&lr=&vid=USPAT6936280&id=2tsUAAAAEBA J&oi=fnd&dq=mother+of+pearl+powder+cosmetics+nacre>
- [8] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.
- [9] Norma ASTM 51538:2002 (E). Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System.
- [10] United States Pharmacopeial Convention. *United States Pharmacopoeia 30 <61>*, 2007.
- [11] Monografías Oficiales. Carragenina, pag. 1206. *US Pharmacopeia 30*, 2007.

VI. Seguridad Nuclear y Protección Radiológica

Análisis de ^{232}Th en muestras de óxido de estaño por espectrometría gamma de alta resolución

José Osoro*

Laboratorio de Radioecología, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

Resumen

Se ha desarrollado un método de ensayo para la determinación de Th-232 en muestras de concentrado de óxido de estaño, como parte del proceso de identificación de materiales NORM en productos industriales. Muestras proporcionadas por la empresa FUNSUR S.A. fueron analizadas por espectrometría gamma de alta resolución obteniendo valores de 51 ± 2 a 64 ± 2 Becquerelios por gramo de producto.

Abstract

A test method for determination of Th-232 in samples of tin oxide concentrate was developed, as part of the identification process of industrial product materials NORM. Samples provided by the company FUNSUR S.A. were analyzed by high-resolution gamma-ray spectrometry. Results obtained were values from 51 ± 2 to 64 ± 2 Becquerels per gram of product.

1. Introducción

A comienzos de la década del 80 se encontraron materiales radiactivos durante operaciones con petróleo y gas en el mar del Norte, en tanto que en 1986 se hallaron en tuberías que habían sido removidas de pozos ubicados en el estado de Mississippi en los Estados Unidos en una operación de rutina.

Desde ese momento, diversos países industrializados comenzaron a estudiar los efectos de los materiales radiactivos naturales en los trabajadores de las industrias del petróleo y gas. Estas investigaciones cobraron especial énfasis a principios de la década del 90 y tuvieron en cuenta, particularmente, la existencia de ciertos isótopos del radio en aguas de formación bajo la forma de sales de calcio, bario y estroncio y la presencia en cuencas gasíferas del gas Radón-222 que suele concentrarse, posteriormente, en las fracciones de etano y propano. Dichos materiales son conocidos en esos ámbitos por las siglas en inglés NORM (Naturally Occurring Radioactive Materials) [1].

El óxido de estaño (II), SnO , un polvo negro insoluble, se obtiene calentando oxalato de estaño (II) en ausencia de aire. En presencia de aire, el óxido de estaño (II) arde para formar el dióxido, u óxido de estaño (IV), SnO_2 , un sólido blanco insoluble. El dióxido también puede prepararse calentando ácido

estánnico o estaño metálico en aire a alta temperatura. El estaño es un metal muy utilizado en centenares de procesos industriales en todo el mundo. En forma de hojalata, se usa como capa protectora para recipientes de cobre, de otros metales utilizados para fabricar latas y artículos similares. El estaño es importante en las aleaciones comunes de bronce (estaño y cobre), en la soldadura (estaño y plomo) y en el metal de imprenta (estaño, plomo y antimonio). También se usa aleado con titanio en la industria aeroespacial y como ingrediente de algunos insecticidas.

El sulfuro de estaño (IV), conocido también como oro musivo, se usa en forma de polvo para broncear artículos de madera. Los principales países productores de estaño son China, Indonesia, Perú, Brasil y Bolivia.

En el Perú, el Departamento de Control Ambiental de la Dirección de Protección Radiológica del IPEN, mantiene desde 1990 el Programa de Vigilancia Radiológica Ambiental en el territorio peruano. Además, presta el servicio de análisis radiométrico en alimentos y otras matrices ambientales a usuarios que así lo requieren.

El presente informe muestra la metodología empleada para el análisis de Th-232 por espectrometría gamma de alta resolución

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe

HpGe a partir de sus radionucleídos descendientes, asumiendo que el material se encuentra en equilibrio secular, puesto que el período de semidesintegración de este radionucleído es mucho mayor que el de su descendiente inmediato y por lo tanto estos radionucleídos decaen con el período de semidesintegración del Th-232 [2].

2. Material y Métodos

2.1. Descripción de las muestras

Se recibieron muestras procedentes de dos lotes de producción de óxido de estaño (Lote 1 y Lote 2), el muestreo y envío de muestras al laboratorio fueron realizados por la empresa FUNSUR S.A. Este material fue tamizado en una malla de diámetro menor a 1,0 mm y colocado en un recipiente plástico configurando un cilindro de 8 cm. de diámetro y 1 cm. de altura.

2.2. Sistema de espectrometría gamma

Se utilizó un sistema de espectrometría gamma compuesto de un detector semiconductor de germanio hiperpuro con 15% de eficiencia relativa, con criostato y preamplificador incorporado. Un castillo de plomo cúbico de 39 x 39 x 50 cm con espesor de plomo de 5 cm y cubiertas interiores de cobre y plexiglass, un monitor de nitrógeno líquido marca Canberra modelo 1789, una fuente de alto voltaje marca Canberra modelo 3105, un amplificador marca Canberra modelo 2020, una tarjeta electrónica multicanal EG & G marca Ortec modelo A65-BI asociada a una computadora personal Pentium I de 133 MHz.

2.3. Curva de eficiencia

La eficiencia es la relación entre los pulsos realmente captados por el detector y los fotones de esa energía emitidos por la fuente [3]. Para estimar la eficiencia del sistema se utilizó, como patrón o estándar de referencia inicial, una fuente de Ba-133 marca Canberra, código D-89-1 con una actividad de $39300 \pm 5\%$ Bequerelios al 27 de abril del 2004, propiedad del Departamento de Química del IPEN.

Se realizaron 10 lecturas de 100 segundos cada una en un sistema de espectrometría gamma de alta resolución compuesto de un detector HpGe y una tarjeta multicanal Ortec.

A partir de este estándar se elaboró una curva de eficiencia para un rango de energía del espectro gamma entre 50 y 400 keV, tomando en consideración 5 fotopicos característicos del Ba-133. Utilizando la curva de eficiencia estimada, se procedió a determinar la actividad del estándar de Ra-226 del Departamento de Control Ambiental de IPEN el cual sirvió para elaborar las curvas de eficiencia en función de la geometría de análisis de las muestras.

2.4. Material de referencia

Como material de referencia se utilizaron 100 microlitros de una solución de nitrato de torio cuya actividad fue calculada a través de la curva de eficiencia del Ra-226. Esta solución luego se incorporó a una muestra de 110 gr. de suelo natural procedente del valle de Huarangal a fin de preparar un material de referencia que tenga las mismas características y densidad de la muestra (óxido de estaño pulverizado). Se realizó la lectura de este material preparado así como de un blanco sin la solución radiactiva en el sistema HpGe y se procedió a elaborar la curva de eficiencia para esta geometría.

2.5. Lectura de muestras

Las muestras debidamente acondicionadas fueron analizadas en el sistema de espectrometría gamma con tiempos de recuento de 1000 segundos por cada una de las muestras [4]. Las consideraciones para la expresión de la actividad de la muestra y las fuentes de incertidumbres asociadas se encuentran especificadas en el IAEA-TECDOC 1401 [5]. Los resultados son expresados en Bequerelios por gramo, con una incertidumbre expandida (IE) del 95%.

3. Resultados

En la Tabla 1 se presenta las energías gamma del Ba-133, expresadas en kiloelectrón voltios (keV) con su respectiva probabilidad de emisión gamma [6], las mismas que fueron consideradas para la elaboración de la curva de eficiencia instrumental.

Para fines de corrección por decaimiento se consideró, para este radionucleído, un período de semidesintegración de 3842 ± 18 días.

Tabla 1. Energías gamma del Ba-133.

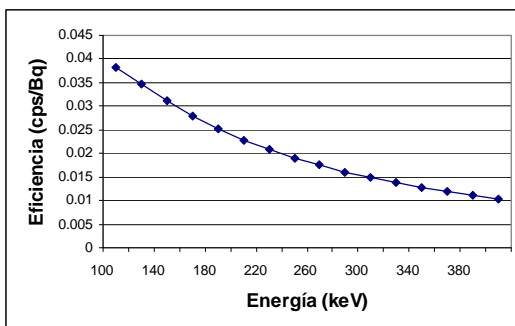
N°	Energía (keV)	Emisión Gamma		
		Valor	±	1 d.s.
1	53,16	0,0220	±	0,0004
2	276,39	0,0710	±	0,0001
3	302,85	0,1833	±	0,0022
4	356,01	0,6230	±	0,0070
5	383,85	0,0892	±	0,0009

La Tabla 2 presenta las energías gamma del Ra-226, expresadas en kiloelectrón voltios (keV) con su respectiva probabilidad de emisión gamma [6], que fueron consideradas para la elaboración de la curva de eficiencia instrumental. Para fines de corrección por decaimiento se consideró, para este radionucleído, un período de semi-desintegración de 1600 ± 7 años.

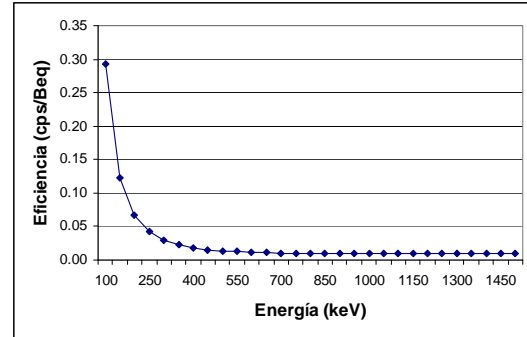
Tabla 2. Energías gamma del Ra-226.

N°	Energía (keV)	Emisión Gamma		
		Valor	±	1 d.s.
1	186,21	0,0351	±	0,0006
2	241,98	0,0712	±	0,0011
3	295,21	0,1815	±	0,0022
4	351,92	0,3510	±	0,0040
5	609,31	0,4460	±	0,0050

La Figura 1 presenta la curva de eficiencia instrumental estimada con el estándar de Ba-133 dentro del rango de 100 a 400 keV y la Figura 2 muestra la eficiencia instrumental estimada con el estándar de Ra-226 dentro del rango de 100 a 1500 keV, en esta última figura se puede observar la disminución marcada de la eficiencia instrumental hasta los 400 keV, a partir de la cual alcanza cierto grado de estabilidad dentro del orden de 0,01 cuentas por segundo por Bequerelio (cps/Beq).

**Figura 1.** Curva de eficiencia obtenida del estándar de Ba-133 (Rango: 100-400 keV).

La Tabla 3 muestra la eficiencia instrumental y su incertidumbre expandida de los cuatro niveles energéticos gamma del material de referencia preparado con Th-232 y que fueron considerados para la determinación de la concentración de actividad de las muestras.

**Figura 2.** Curva de eficiencia obtenida del estándar de ^{226}Ra (Rango: 100 a 1500 keV).**Tabla 3.** Eficiencia instrumental del material de referencia.

Energía (keV)	Emisión Gamma	Eficiencia Instrumental	Incertidumbre Expandida
238,6	0,4350	0,014975162	0,00592589
338,3	0,1126	0,017463155	0,00278404
583,0	0,8070	0,002417074	0,00088387
911,1	0,2660	0,005257624	0,00085219

Geometría: Cilindro de 8 cm de diámetro por 1 cm de altura.

Las energías consideradas para los análisis cuantitativos pertenecen a los siguientes radionucleídos producto del decaimiento del Th-232: Pb-212 (238,6 keV), Ac-228 (338,3 y 911,1 keV) y Tl-208 (583,0 keV). Todos estos radionucleídos presentan períodos de semi-desintegración mucho menores que el Th-232 ($1,405 \times 10^{10}$ años) razón por la cual, asumiendo que la muestra se encuentre en equilibrio secular, la determinación de la concentración de actividad de los radionucleídos descendientes es equivalente a la concentración de actividad del Th-232 presente en las muestras.

La concentración de Th-232 obtenida por espectrometría gamma presentó valores comprendidos entre 52 y 64 Bq/g para el Lote N° 1 y entre 49 y 59 Bq/g para el Lote N° 2 (Tabla 4); el análisis de varianza realizado entre estos valores presentó un adecuado grado de homogeneidad al 95% (Tabla 5), se demuestra así, de que no existen diferencias estadísticas significativas entre estos resultados y por lo tanto cualquiera de los cuatro niveles energéticos puede ser utilizado

para estimar la concentración de este radionucleído.

Tabla 4. Concentración de Th-232 estimado a partir de sus descendientes.

Muestra	Energía (keV)	Actividad Derivada (Bq/g)	Incertidumbre Expandida (Bq/g)
	238,6	64	2
Lote	338,3	52	2
Nº 1	583,0	63	1
	911,1	55	2
	238,6	59	2
Lote	338,3	49	5
Nº 2	583,0	59	5
	911,1	51	2

Tabla 5. Análisis de varianza de las concentraciones de Th-232.

Fuentes	Grados Libertad	Cuadrados Medios	F	Valor Crítico 95%
Entre Lotes	1	32	1,02	5,99
Dentro de Lotes	6	31,3333		

4. Conclusiones

Las muestras de óxido de estaño remitidas por la empresa FUNSUR S.A. presentan contaminación con Th-232 posiblemente debido a los procesos de concentración minera.

La concentración de Th-232 para los dos lotes de mineral analizados presentó un rango de actividad de 51 ± 2 a 64 ± 2 Bequerelios por gramo; estos valores no se encuentran usualmente en suelos naturales, sin embargo, en algunos países como Nigeria se encontraron, en zonas mineras con altos niveles de radiactividad, concentraciones de Th-232 comprendidas entre 17 y 98 Bequerelios por gramo de suelo [7].

En la actualidad, el Reglamento de Seguridad Radiológica [8] establece los niveles de intervención en alimentos debido a contaminación con radionucleídos artificiales, sin embargo, hasta el año 2008 no se cuentan con referencias nacionales sobre límites de radiactividad en muestras de minerales o concentrados derivados de la industria minera.

5. Bibliografía

- [1]. Maggio GE, Girardi C. Radiactividad Natural (NORM) en Yacimientos. 6th. Jornadas de Preservación de Agua, Aire y Suelo en la Industria del Petróleo y del Gas. Oct-Nov. 2005. Neuquén. Argentina. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://biblioteca.iapg.org.ar/ArchivosAdjuntos/JornadasPreservacionVI/070.pdf>
- [2]. Benítez AH. Caracterización de rellenos fisurales por disequilibrios isotópicos de series radiactivas naturales. Estudios Geol.49: 165-174; 1993.
- [3]. Audicio P. Espectrometría de radiación gamma. Facultad de Ciencias. Universidad de la República. Uruguay. 2008. [serie en Internet]. Disponible en URL: www.cin.edu.uy/cursos/ESPECTROMETRIA_gamma_1.pdf
- [4]. Osoreo J M, Gonzáles S, López, E. Ejecución y validación del método de ensayo por espectrometría gamma. Versión 2. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Control Ambiental. PR N° 008-00-COAM. 52 p.; 2000.
- [5]. International Atomic Energy Agency. Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements. IAEA-TECDOC-1401. Vienna: Austria; 2004.
- [6]. International Atomic Energy Agency. Measurement of radionuclides in food and the environment. A Guidebook. Technical Reports Series No. 295. Annex VII. Vienna: Austria; 1989.
- [7]. Arogunjo AM, Höllriegl V, Giussani A, Leopold K, Gerstmann U, Veronese I, Oeh U. Uranium and thorium in soils, mineral sands, water and food samples in a tin mining area in Nigeria with elevated activity. J Environ Radioact. 2009 Mar;100(3):232-40.
- [8]. Reglamento de Seguridad Radiológica. Decreto Supremo N° 009-97-EM. Diario Oficial El Peruano. Sec. Normas Legales. (1997).

Aspectos operacionales del control radiológico en la Planta de Producción de Radioisótopos: Período 2004-2008

Andrés Corahua*, Jesús Miranda, María Benites

Dirección de Producción, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El presente trabajo tiene como objetivo dar a conocer los resultados obtenidos en los controles operativos realizados por el Área de Radioprotección de la Planta de Producción de Radioisótopos durante el período 2004-2008, estos resultados fueron evaluados y comparados con los límites establecidos por las normas que la autoridad competente nacional peruana recomienda, la Oficina Técnica de la Autoridad Nacional (OTAN). En los últimos años se han puesto en práctica una serie de mejoras técnicas dirigidas a reducir los riesgos de contaminación e irradiación, el beneficiario directo ha sido el personal ocupacionalmente expuesto. El resultado obtenido permite afirmar que la dosis efectiva anual promedio de los trabajadores profesionales expuestos es inferior a los límites nacionales establecidos.

Abstract

The purpose of this work is to show the results obtained from the operational controls performed in the Area of Radioprotection of the Plant of Production of Radioisotopes (PPR) during period 2004-2008. The results were evaluated and compared with the limits established by the norms that the competent authority national Peruvian recommends, the Technical Office of National Authority (OTAN). In the last years a series of technical improvements were implemented, aimed to reduce both risks of contamination and irradiation, being the direct beneficiary, the personnel occupationally exposed. The result obtained, states that the average annual effective dose received by the workers occupationally exposed is below the established national limits.

1. Introducción

La Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) del Centro Nuclear "RACSO" tiene un conjunto de instalaciones de ingeniería cuyo objetivo es procesar los compuestos que se irradian en el reactor RP-10. Las actividades autorizadas son la producción, manipulación, almacenamiento y comercialización de los siguientes radioisótopos: I-131, Tc-99m, Mo-99, Sm-153 e Ir-192.

Debido a estas actividades, se ha establecido un programa de vigilancia radiológica que corresponden a una serie de operativos rutinarios de control y supervisión del cumplimiento de los estándares en el desarrollo de cada una de ellas. Mediante este programa se realiza el control operativo de radioprotección, sobre aspectos tales como:

- Monitorización de las zonas
- Monitorización de aire
- Monitorización individual
- Monitorización complementarias

Con el transcurrir del tiempo se han introducido mejoras conducentes a la protección del trabajador ocupacionalmente expuesto, los resultados pueden observarse al término de cada año calendario y se reflejan en la evaluación del quinquenio.

Las dificultades encontradas para implementar mejoras físicas y tener un mejor resultado son económicas, como también las distintas percepciones del riesgo radiológico del trabajador ocupacionalmente expuesto.

2. Aspectos de los controles realizados

Para asegurar una adecuada protección al trabajador ocupacionalmente expuesto y garantizar la seguridad radiológica de las actividades que se desarrollan, hay un programa de vigilancia radiológica que realiza la evaluación de las exposiciones individuales [1], empleando equipos adecuados de protección personal y una

* Correspondencia autor: acorahua@ipen.gob.pe

vigilancia de la salud anual, debidamente documentada.

2.1 Monitorización de áreas

Comprende el control de los niveles de radiación externa y contaminación en superficies, los cuales son verificados por instrumentos fijos y portátiles mediante 7 detectores Geiger Müller colocados en igual número de ambientes, los cuales controlan la irradiación emergente y están prefijados a niveles de 10 a 25 $\mu\text{Sv/h}$, dependiendo de las tareas que se desarrollan en esos ambientes. Este sistema genera una data de información cada 20 segundos que se almacenan en un banco de datos, la cual permite generar reportes diarios, semanales, mensuales o anuales. Con los detectores portátiles se realiza la supervisión en laboratorios y se lleva un control en planilla sobre la tasa de dosis y la contaminación superficial.

2.2 Monitorización de aire

El control es realizado en zonas controladas y a la salida de la chimenea por equipos muestreadores de aire de lectura indirecta; posteriormente, los filtros son leídos en una cadena de espectrometría gamma con un detector de germanio hiperpuro (HPGe).

2.3 Monitorización del despacho de material radiactivo

El control se realiza mediante un detector Geiger Müller, integrado al sistema de adquisición de datos, siendo su fin primordial controlar el nivel de radiación emergente del bulto, después de su preparación para el transporte de material radiactivo hacia los usuarios.

2.4 Dosimetría individual

Se realiza con dosímetros In Light, cuyos períodos de recambio son mensuales. Se emplean en cuerpo, en posición pectoral, mientras que para el control en manos se colocan como pulseras.

2.5 Monitorización y control de la evacuación de desechos radiactivos sólidos y líquidos [2]

Los residuos radiactivos sólidos son seleccionados e identificados para su

almacenamiento temporal y posterior evacuación hacia el exterior como desecho común, después del decaimiento respectivo o hacia la Planta de Gestión de Desechos Radiactivos. Los residuos radiactivos líquidos en su totalidad son depositados en pozas de decaimiento para líquidos activos, los cuales previo análisis, son evacuados hacia las trincheras de decaimiento definitivo o hacia el desagüe común.

3. Resultados y Discusión

3.1 Monitorización de áreas

En general, los niveles no sobrepasan el valor de 10 $\mu\text{Sv/h}$, solo fueron superados en situaciones que ameritaban una intervención planificada.

Con relación a las contaminaciones superficiales, la frecuencia de ocurrencia y los niveles más elevados se detectaron en zonas controladas, como era de esperar, por la manipulación de fuentes abiertas (Tabla 1).

Tabla 1. Valores promedios obtenidos en contaminación.

Zonas	Valor medio de los últimos 5 años (Bq/cm^2)	Radioisótopo	Límite derivado de trabajo (Bq/cm^2)
Zonas controlada	235	Tc-99m; I-131, Mo-99, Sm-153, Teluros	400
Zonas supervisada	33	Tc-99m; I-131, Mo-99, Sm-153	40
Superficie de cuerpos (manos)	Fondo	Tc-99m; I-131, Mo-99, Sm-153	4

3.2 Monitorización de aire

Para efecto de este control, el radioisótopo vigilado es el I-131, por ser el único volátil que se manipula en la instalación. En el proceso de producción, las fugas se minimizan y están controladas (Tabla 2).

Tabla 2. Valor promedio en la monitorización de aire.

	Corredor Caliente	Descarga por chimenea	Valor medio de los últimos 5 años
Límite operativo de descarga	-----	8700 Bq/m^3	260 Bq/m^3
Concentración derivada de aire	350 Bq/m^3	-----	118 Bq/m^3

3.3 Dosimetría individual

Esta evaluación se analizó a los trabajadores por el desempeño laboral, de este modo se tiene un valor desagregado del promedio de la dosis efectiva (Tabla 3).

Tabla 3. Valores promedio de la dosis efectiva.

Actividad desarrollada	Número de trabajadores	Promedio de dosis efectiva en los 5 años (mSv)
Producción de radioisótopos, radiofármacos e investigación y desarrollo	7	6,22
Control de calidad de radioisótopos, radiofármacos e investigación y desarrollo	8	2,38
Mantenimiento	5	2,30

3.4 Monitorización en el despacho de material radiactivo

Las operaciones para el transporte se realizaron considerando la normativa para el transporte seguro de material radiactivo, los bultos controlados fueron del tipo A y las etiquetas de riesgo más utilizadas fueron las Blanco-I y Amarillo-II. En la Tabla 4 se muestran los promedios de material despachado.

Tabla 4. Despacho promedio de bultos.

Destino	Cantidad promedio en 5 años
Despacho al extranjero	18
Despachos locales y nacionales	1530

3.5 Monitorización y control de la evacuación de los desechos radiactivos sólidos y líquidos

Los residuos radiactivos sólidos como líquidos son producidos principalmente durante las actividades de limpieza de la celda, descontaminación y excedentes de producción. Los residuos radiactivos sólidos están conformados por papeles, plásticos vidrios, maderas y metales, los cuales son segregados e identificados. También se generan residuos radiactivos biológicos, los cuales son resultados de las actividades de investigación y desarrollo, así como por el control de calidad de los productos que se fabrican y comercializan en la PPR.

La instalación cuenta con una Planta de Decaimiento de Líquidos Activos, que está

conformada por 2 pozas con capacidad de almacenamiento de 30 m³ cada una. Se habilita una de ellas y la otra se encuentra en decaimiento o vacía (Tabla 5).

Tabla 5. Valores promedio de desechos radiactivos.

	Desechos radiactivos biológicos	Desechos radiactivos líquidos	Desechos radiactivos sólidos
Cantidad promedio en los 5 años (m ³)	0,12	27	0,5

Un análisis de la situación radiológica existente, ha determinado que el beneficio de algunos objetivos podría superar la cantidad de los recursos reales disponibles y por esa razón se decidió fijar metas realistas, de modo que en un corto plazo se podría obtener con rapidez los recursos disponibles, con el fin de obtener un modesto pero continuo avance y sin despertar falsas expectativas.

4. Conclusión

Es de suma importancia realizar una evaluación constante de los parámetros de protección radiológica, de esta manera se verifica que las mejoras que se incluyen brindan el resultado esperado.

Los resultados encontrados están muy por debajo de los límites establecidos por la normativa peruana.

Finalmente, se debe adoptar una actitud no punitiva hacia los errores, diferenciándolos claramente de las negligencias graves e imprudencias temerarias.

5. Referencias

- [1] International Atomic Energy Agency. International basic safety standards for protection against ionizing radiation and for the safety of radiation sources. Safety Series No.115. Vienna: Austria; 1996.
- [2] International Atomic Energy Agency. Management of radioactive wastes produced by users of radioactive materials. IAEA Safety Series No. 70. Vienna: Austria; 1985.

Evaluación radiométrica de lodos en la Planta de Tratamiento de Efluentes Cloacales (PTEC)

Genaro Rodríguez*, Walter Cruz, Álvaro Aguirre, Mario Mallaupoma

Planta de Gestión de Residuos Radiactivos, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Debido a la presencia de isótopos radiactivos como Co-60 y Cs-137 en lodos procedentes de la Planta de Tratamiento Efluentes Cloacales (PTEC), se realizó un reconocimiento de las condiciones en que se encontraban estos lodos, monitoreando la presencia radiactiva, dimensionando su acumulación y evaluando las acciones de remediación. Los lodos observados registraron la presencia de Co-60 principalmente, en una cantidad significativa que ameritaba una respuesta técnica y operativa. La dosis determinada no supera los límites establecidos por la normativa nacional, que se encuentran por debajo de las concentraciones exentas. El presente artículo describe los trabajos realizados.

Abstract

Due to the presence of radiation contamination in sludge from the sewage treatment plant (PTEC), a recognition study of the sludge conditions that comprises, monitoring radioactive presence, measurement of its accumulation and evaluation of the remedial action was performed. In the studied sludge the presence of cobalt-60 was observed in a significant amount which warranted a technical and operational response. The observed dose does not exceed the limits set by national law. This article describes the work carried out.

1. Introducción

A fines del año 2007, se reporta la presencia de contaminación radiactiva en los lodos procedentes de la PTEC [1], recomendándose la gestión del lodo seco como residuo radiactivo, por indicios de presencia de Cobalto-60. Asimismo, se considera que los niveles de exposición en el sedimento seco se hallan por encima del fondo natural.

Inicialmente, una explicación sobre esta ocurrencia nos llevó a examinar que las fuentes probables son las que provienen de los efluentes del reactor RP-10 y la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR). Los exámenes radiométricos indican la presencia de radioisótopos de vida corta y Cobalto-60 y Cesio-137, que son de interés radiosanitario, por debajo de las concentraciones exentas autorizadas. Cabe observar también que el Cobalto-60, se genera por activación y no por fisión, que es el caso del Cesio-137.

Los radioisótopos detectados se han acumulado por sedimentación, ya que tienen el mismo comportamiento químico que los elementos metálicos. Este proceso acumu-

lativo puede ser considerado a partir del período promedio de descarga de los efluentes activos del RP-10 y PPR.

Se muestra el análisis radiológico con la evaluación de las concentraciones radiactivas, en comparación con los límites establecidos por la Autoridad Nacional para considerar las opciones de remediación que se expresaron en un informe de la PGRR [2].

2. Datos radiométricos

En la Tabla 1 se muestran los datos encontrados en el análisis radiométrico; adicionalmente, en el lugar monitoreado se registra la tasa de exposición con los siguientes datos:

Valor de máxima lectura en los lodos secos: 1,30 $\mu\text{Sv/h}$, en contacto.

Valor de lectura en los lotes de lodos secos: 0,30 $\mu\text{Sv/h}$, en contacto.

* Correspondencia autor: grodriguez@ipen.gob.pe

Valor de fondo natural: 0,09 $\mu\text{Sv/h}$ Modelo X-50 DE, PGRR.
tomados con el monitor de radiación, Graetz,

Tabla 1. Resultados de análisis COAM-PTRA.

N°	Muestra	Ubicación	I-131 (Bq/kg)	Cs-137 (Bq/kg)	Cs-134 (Bq/kg)	Zn-65 (Bq/kg)	Co-60 (Bq/kg)
1	Lodo seco	Lote 1	<1	34	54	<1	645
2	Lodo seco	Lote 2	<1	6	75	8	737
3	Lodo seco	Lote 3	<1	32	131	7	1 742
4	Lodo fresco	Poza 1	1 141	<1	159	<1	881
5	Lodo fresco	Poza 2	2 010	<1	---	<1	974
6	Lodo fresco	Poza 3	4 347	13	98	<1	820
	Concentración exenta		100 000	10 000	10 000	10 000	10 000
Concentración Promedio (1-6)			1250.17	14.50	86.17	3.17	966.5

En la evaluación de la presencia ambiental de los radioisótopos, también se destaca los límites de excepción por debajo de los cuales no hay restricciones de evacuación y los límites para desclasificarla de la gestión de residuos radiactivos. Las Normas Básicas de Seguridad [3] y el Reglamento de Protección Radiológica [4] establecen los límites de excepción, tanto para la actividad en unidades de Becquerelio (Bq) y Bq/gramo e indican considerar materiales exentos cuando la tasa equivalente efectiva anual es de 10 μSv (micro Sievert).

Para efectos de la evaluación, a partir de la Ecuación (1) tomando como referencia el Límite de Dosis (L) equivalente para el público de 01 mSv/año, se tiene:

$$\sum_{i=1}^n \frac{C_i}{(\text{Límite excepción})_i} \quad (1)$$

donde:

C_i : Concentración de la actividad para cada radioisótopo.

L_i : Concentraciones de actividad límites para cada radioisótopo.

La ecuación se recomienda usar para cantidades moderadas de materiales, no más de 01 tonelada. En el caso de los lodos (Fotos 1 y 2), la acumulación total, equivale a un aproximado de 54,9 Toneladas (54900 kg), por lo cual está planteado una ampliación de la evaluación de la seguridad radiológica, considerando los modelos dosimétricos, así la tasa de dosis estén indicando valores cercanos al ambiente natural.



Figura 1. Monitoreo de lodos secos contaminados cerca a la PTEC.

3. Evaluación radiológica

Extendiendo los datos señalados, se obtiene la siguiente Tabla 2:

Tabla 2. Comparación de concentración de lodos con los límites de excepción [3].

<i>Radioisótopo</i>	<i>Semi Vida (T_{1/2})</i>	<i>Valor más alto en CI(Bq/Kg)</i>	<i>Niveles de excepción C0(Bq/Kg)</i>	<i>Razón (CI / C0)</i>	<i>Nivel de impacto</i>
I-131	8.04 d	4347	100 000	0,0437	Decaimiento rápido
Cs-137	30 a	34	10 000	0,0034	Evaluar impacto
Cs-134	2.06 a	159	10 000	0,0159	No hay impacto
Zn-65	244 d	8	10 000	0,0008	No hay impacto
Co-60	5.27 a	1742	10 000	0,1742	Evaluar impacto

Valores de C1 (Bq/kg) trasladados a la ecuación (1) y comparados con las concentraciones límites de cada radioisótopo detectado, se tiene:

$$L = \frac{4347}{10^5} + \frac{34}{10^4} + \frac{159}{10^4} + \frac{8}{10^4} + \frac{1742}{10^5} = 0,237 \leq 1$$

Resultados que en una primera evaluación nos permiten determinar niveles por debajo de las normas referenciales de límite de dosis. Sin embargo, bajo la observación con respecto a la actividad promedio de la masa de lodos, con los radioisótopos detectados, en la Tabla 3 valores lejos de la concentración exenta.

Tabla 3. Comparación de actividad con los niveles de excepción [4].

<i>Radioisótopo</i>	<i>Concentración promedio (Bq/kg)</i>	<i>Masa de residuo (kg)</i>	<i>Actividad A₁ (MBq)</i>	<i>(*) Nivel de excepción A₀ (MBq)</i>	<i>Relación de exceso A₁/A₀</i>
I-131	1250,17	54 900	68,668	1	68,65
Cs-137	14,50	54 900	0,796	0,01	79,65
Cs-134	86,17	54 900	4,731	0,01	473.20
Zn-65	3,17	54 900	0,174	1	0,174
Co-60	966,5	54 900	53,060	0,1	530,80

La masa de residuo es una aproximación gruesa por el volumen irregular y una densidad variable por la formación de granos finos y gruesos del lodo seco cercano, donde la presencia del Cobalto-60 se revela como el de mayor relación de exceso, en el cual gravita también el período de decaimiento a 5 años.

El estudio también evalúa el impacto debido a las condiciones de masa mayor a 1 tonelada y la presencia de radioisótopos de interés. Este impacto puede y debe hacerse tomando en cuenta la aplicación de modelos dosimétricos ambientales que considera inhalación e ingestión del polvo, la ingestión de aguas bajo excavación de pozo y la exposición externa por irradiación en

referencia al grupo crítico o la población más cercana. Una evaluación de este tipo, exige otros datos de entrada como la tasa de inhalación, fracción de permanencia, factor de dispersión del polvo, coeficiente de adsorción (Kd) líquido/sólido y otros parámetros experimentales orientados a establecer la dosis en Sv/año, que bien puede ser comparado con una reducción de la dosis límite al público.

4. Conclusiones y Recomendaciones

a) Los valores obtenidos en el monitoreo y evaluación de dosis se encuentran por debajo de las cantidades exentas establecidos por la normativa.

b) La identificación de radioisótopos de interés radiosanitario y sus períodos de semidesintegración, implican disponer las medidas apropiadas de remediación como es la construcción de un recinto de concreto tipo piscina, a fin de optar por un tratamiento seguro a estos lodos.

c) Ampliar el análisis sobre el impacto ambiental utilizando modelos dosimétricos que permita responder ante problemas mayores de impacto de los residuos radiactivos.

5. Referencias

[1] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Evaluación radiológica ambiental de la Planta

de Tratamiento de Efluentes Cloacales. [Informe interno de COAM]; 2007.

[2] Instituto Peruano de Energía Nuclear. 2008. Informe sobre los residuos de PTEC y medidas a tomar. [Informe Técnico N° 11-08-PGRR); 2008.

[3] International Atomic Energy Agency. International basic safety standards for protection against ionizing radiation and for the safety of radiation sources. Safety Series, N° 115. Vienna: Austria; 1996.

[4] Instituto Peruano de Energía Nuclear. Reglamento de Seguridad Radiológica. Lima: Perú; 1997.



Figura 2. Lodos secos contaminados distantes a la PTEC.



Figura 3. Lodos en la Piscinas de Lecho Filtrado.

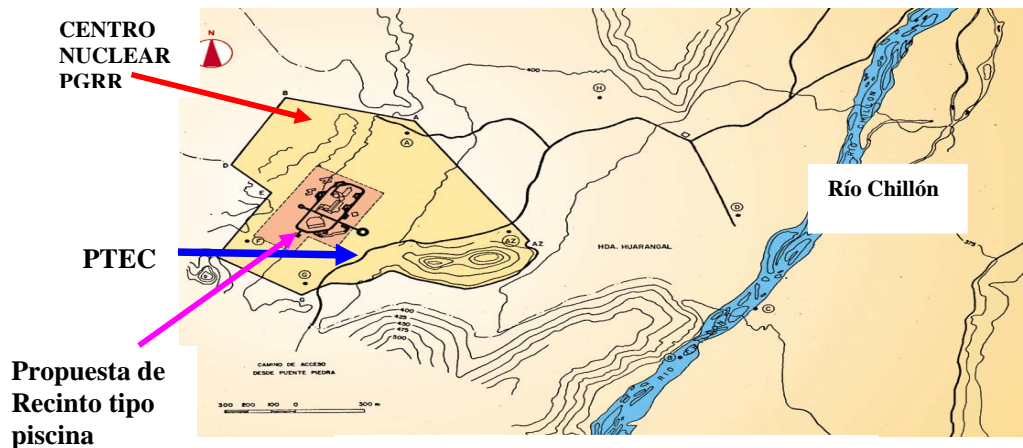


Figura 4. Plano de ubicación del PTEC.

Sistema de monitorización para radioprotección en la Planta de Producción de Radioisótopos del IPEN

Pablo Arias¹, Andrés Corahua², José Paez^{3,*}, Ramos Martínez², Alberto Ramos²

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Oficina de Informática, Laboratorio de Microinformática, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección de Radioisótopos, Centro de Radioprotección, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección de Ingeniería de Mantenimiento, Laboratorio de Microinformática, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

En este reporte se presentan el diseño e implementación de un sistema de monitorización en radioprotección para la Planta de Producción de Radioisótopos del IPEN. Los primeros resultados nos muestran que la seguridad ha sido mejorada debido a un control más efectivo de los ambientes de producción. Cualquier evento de alarma es visualizado geográficamente en una pantalla de PC. Adicionalmente, el sistema posibilita emitir reportes directamente a MS Excell con todos los detalles de la monitorización, en un formato que permite el almacenamiento clasificados por fechas, permitiendo una administración del historial de monitorización. Todos estos elementos mejoran la rapidez de respuesta frente a cualquier incidente durante la producción de los radiofármacos en esta planta.

Abstract

In this report results achieved from the design and implementation of a radiation protection monitoring system for Radioisotope Production Plant of IPEN are presents. Early results show that security has been improved due to more effective control of production laboratories. Any alarm event is displayed in a geographically PC screen. Additionally, the system allows reports to be issued directly in MS Excel with all the details of events, in a format that allows storage arranged by date, allowing management history monitoring. All these elements improve the speed of response to any incident during the production of radiopharmaceuticals in this plant.

1. Introducción

La Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) del IPEN ha ampliado la gama de sus productos de radiofármacos y radioisótopos. Sin embargo, su sistema de detección de contaminación radiactiva compuesto por equipos con una antigüedad mayor a 15 años se mantenía inalterable, dificultando las funciones de supervisión en radioprotección. Además, no disponía de facilidades para el almacenamiento electrónico de la información y generar reportes históricos y auditables.

Por esas razones se plantea el diseño de un nuevo sistema central que concentre toda la información de monitorización que facilite su auditabilidad y seguimiento históricos. También el sistema debe ser amigable al usuario, con opciones de configuración de los parámetros a su requerimiento.

2. Metodología para resolver el problema

Se realiza una evaluación de las actividades de la Planta y se identifican los puntos críticos que aportan a la contaminación radiactiva y que deben ser monitorizados. También, se determinan los niveles máximos permisibles y una evaluación de los equipos de detección disponibles. Se determinan los requerimientos mínimos del usuario para la actividad de supervisión y registro de alarmas. Las etapas de diseño del sistema se desarrollaron del siguiente modo:

2.1 Automatización del sistema de monitorización

Los niveles de radiación generados en los ambientes de la planta deben ser registrados

* Correspondencia autor: jpaez@ipen.gob.pe

en tiempo real y almacenados en formato electrónico. Para esta tarea se utilizaron los siguientes equipos:

- Un equipo de monitorización Munchener Apparatebau Fur Elektronische Gerate GMBH (MAB).
- 21 detectores Geiger Muller (GOS 0600-con tubo GM ZP1201), que se conectan al equipo MAB y entregan su lectura en señales TTL.
- Cables de conexión para los detectores.
- Una tarjeta IAEA DAQ 52 facilitada por el Organismo Internacional de Energía Atómica con conexión USB.
- Una PC con Puerto USB y Software NI LabView y Raisonance kit 6,1.
- Tres equipos para muestreo de concentración de Iodo en Aire SPJ-1000.

2.2 Automatización del sistema de evaluación de emisiones de I-131

La actividad principal de la Planta es la producción de ^{131}I y su proceso genera la mayor contaminación radiactiva al mezclarse con el aire. Por esa razón, es importante su detección de las concentraciones de Iodo en el aire.

Los tres equipos autónomos para muestreo de de ^{131}I que se utilizan, entregan la medición en lectura visual directa. También se puede disponer de esa información a través de un puerto de lazo de corriente 0-20mA.

Se conectan las señales de los equipos SPJ-1000 a entradas de lectura analógica de la tarjeta DAQ-52.

2.3 Acondicionamiento de la tarjeta IAEA DAQ52

La tarjeta IAEA DAQ52 está basado en un Microcontrolador 8052 y utiliza tecnología FPGA que le brinda potencialidad y flexibilidad de arquitectura de hardware, con capacidad de poder funcionar en forma autónoma al incorporar una EPROM para el programa de operación. Esta característica le permite independencia de funcionamiento.

Para utilizarla en nuestro sistema se modificó su arquitectura reprogramando la FPGA, obteniéndose la ampliación del número de entradas tipo contador de niveles TTL para 21 entradas tipo contador de niveles TTL provenientes de detectores GM de los ambientes de producción.

2.4 Procedimiento de operación del sistema

En la Figura 1 se detalla en forma genérica el procedimiento que se debe efectuar para conectar los equipos y ejecutar el programa de operación SMONITOR.EXE hecho en NI Labview, para un Sistema Operativo Windows XP o superior. Asimismo, se indica los archivos de reporte generados. Se debe notar que la tarjeta DAQ-52 se programa con un código hecho en ANSI C y que es cargado por el programa SMONITOR.

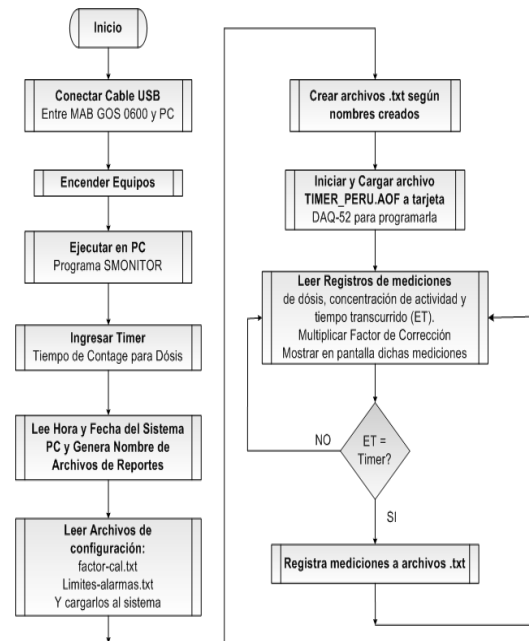


Figura 1. Diagrama de flujo del programa principal.

2.5 Software de programación de la tarjeta DAQ52

La tarjeta DAQ52 requiere de un programa de operación hecho en el software Raisonance Kit 6.1, el cual es un ambiente de desarrollo de programación en ANSI C. Este programa permite configurar el hardware de la tarjeta para procesar las señales provenientes de los detectores GM y almacena los datos en unas direcciones de memoria RAM que serán accedidas a través de un puerto USB que se conecta a una PC. El Programa SMONITOR interactúa con el puerto USB de la tarjeta DAQ-52 y lee dicha memoria RAM.

El archivo TIMER_PERU.C es compilado y genera los archivos TIMER_PERU.AOF y TIMER_PERU.HEX, los cuales serán

cargados en la EPROM de la tarjeta DAQ52 por el programa SMONITOR.

3. Resultados

La Figura 2 muestra los datos de las tasas de dosis monitorizadas en diferentes ambientes de la PPR. Además, datos de configuración como tiempo de conteaje, factores de corrección para cada detector GM, activación de mapa geográfico, etc.

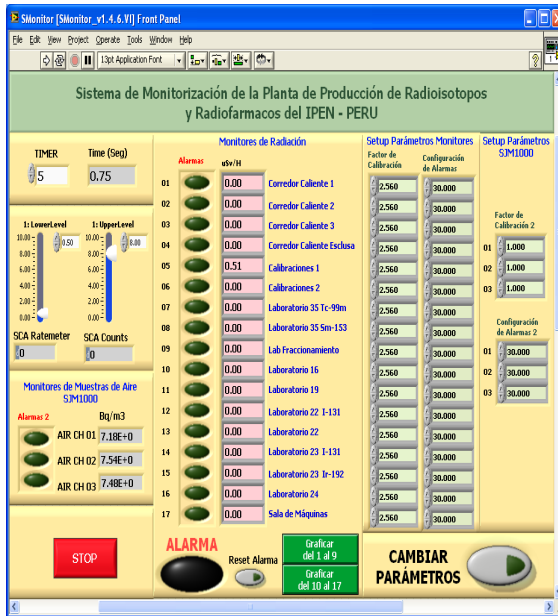


Figura 2. Panel frontal de muestreo.

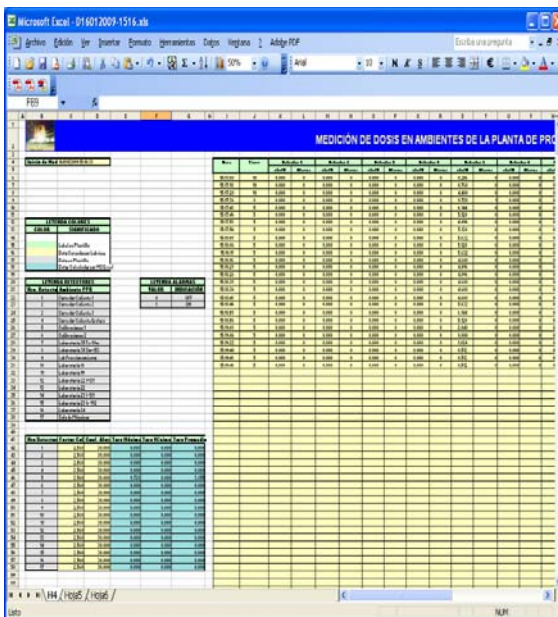


Figura 3. Archivo de datos de la medición de tasa de dosis.

La Figura 3 muestra el reporte final obtenido en un día de operación. Se indican las tasas de dosis medidas por detector; igualmente, se efectúan los cálculos adicionales como tasas promedio, máximo y mínimo, fecha de medición y factor de corrección usada, etc.

4. Conclusiones

El nuevo sistema ha demostrado ser muy amigable al usuario y permite una administración de la información histórica de las mediciones, clasificándolas por fechas. También se ha mejorado el control en los ambientes de producción permitiendo que cualquier evento de alarma sea indicado mediante una pantalla geográfica y un zumbador sonoro que solo se silencia cuando es reiniciado por el usuario.

5. Agradecimientos

Al Experto OIEA Milton Soares del Instituto de Ingeniería Nuclear de Brasil por su apoyo en la modificación de la arquitectura de la tarjeta DAQ-52. Igualmente, al Ing. Manuel Castro Jefe de la Planta de Producción de Radioisótopos por el apoyo administrativo al desarrollo del proyecto.

6. Bibliografía

- [1] Heinz Rongen. Manual de DAQ52 Universal Analog/Digital Input/Output board with 8052 USB Microcontroller.2004.
- [2] Heinz Rongen, Milton Soares. Manual de DAQ52-Peru. Universal Analog/Digital Input/Output board with 8052 USB Microcontroller. 2005.
- [3] Heinz Rongen. LCD Display. 2003
- [4] RC-51 ANSI-C Compiler for the 8051 family. RAISONANCE
- [5] Heinz Rongen. CD driver and tools of DAQ52 Card.
- [6] National Instrument. Manual de Programación Labview.
- [7] Munchener Apparatebau fur Elektrische Gerate GMBH. Manual del Equipo Sistema Monitor de Área GOS 0600 para Rayos Gamma MAB.
- [8] Munchener Apparatebau fur Elektrische Gerate GMBH. Manual del Equipo Evaluador de Emisiones de I-131 Fast iodine monitor SJM 1000 MAB.
- [9] Munchener Apparatebau fur Elektrische Gerate GMBH. Manual de los Detectores Geiger Muller Mod. GOS 0600 con tubo GM ZP1201.

Calibración del sistema de radiometría beta de centelleo plástico

LAS-3A con $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$

José Osores*

Laboratorio de Radioecología, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

Resumen

Con la finalidad de evaluar los niveles de radiactividad beta global en muestras ambientales, se desarrolló un método de calibración para un sistema de radiometría beta de centelleo plástico. El sistema presenta una buena respuesta instrumental con un 25% de eficiencia de recuento para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio.

Abstract

In order to evaluate the global beta levels of radioactivity in environmental samples, a calibration method for a beta radiometry system of plastic scintillation was developed. The system presents a good instrumental response with 25% of count efficiency for $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ in equilibrium.

1. Introducción

El Sistema de Radiometría Beta LAS-3A permite la ejecución de ensayos para la determinación de radiactividad beta total equivalente en muestras ambientales [1], así como de radionucleídos específicos emisores de partículas beta, los cuales deben ser previamente separados por métodos radioquímicos.

Uno de los radionucleídos emisores beta de importancia ambiental lo constituye el ^{90}Sr el cual se encuentra en equilibrio con su descendiente, el ^{90}Y , también emisor beta.

2. Material y Métodos

2.1. Sistema de radiometría beta LAS-3A

Compuesto de dos detectores de centelleo plástico ubicados de modo tal que permiten disponer de dos geometrías de contaje (2pi y 4pi). Estos detectores están conectados con un módulo de control que manipula el ingreso de las planchetas y registra el número de cuentas correspondiente (Figura 1).



Figura 1. Sistema LAS-3A.

2.2. Fuente de calibración

Se utilizó la fuente radiactiva MCR2001-059, proporcionada por el Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas de España (CIEMAT), esta fuente está constituida por un disco de dos láminas de mylar metalizado de 300 nm de espesor selladas con pegamento y montadas en un anillo metálico de 30 mm de diámetro. La concentración de actividad total referida al 07 de agosto del año 2001 correspondiente al $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ de la fuente es de 12679 ± 31 Bequerelios.

Como referencia para los ensayos se utilizó la guía IAEA-TRS-295 [2] y el método de ensayo No. PR-022-01-COAM para la determinación de la eficiencia instrumental y el límite de detección correspondiente [3].

2.3. Cálculo de eficiencia

La eficiencia para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ total se calculó con la siguiente ecuación:

$$Efi = [CPMp - CPMf] * [60 * Ao * \exp^{-\lambda\tau}]^{-1}$$

Donde:

Efi : Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio ($\text{cps} * \text{Bq}^{-1}$)

CPMp : Cuentas por minuto del patrón de calibración.

CPMf : Cuentas por minuto del fondo

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe

instrumental.
 A_o : Actividad inicial del patrón (Bq).
 $e^{-\lambda\tau}$: Decaimiento radiactivo del ^{90}Sr
 λ : Constante de semidesintegración
 (0.02414634 años $^{-1}$)
 τ : Tiempo desde la fecha de referencia
 a la fecha de ensayo (años).

2.4. Cálculo de actividad

La actividad del patrón secundario se calculó con la siguiente ecuación:

$$A = [CPMm - CPMf] * [Efi * \exp^{-\lambda\tau}]^{-1}$$

Donde:

A : Concentración de la actividad de $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio del patrón secundario (Bq).
 $CPMp$: Cuentas por minuto del patrón secundario.
 $CPMf$: Cuentas por minuto del fondo instrumental.
 Efi : Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio (cps*Bq $^{-1}$).
 $e^{-\lambda\tau}$: Decaimiento radiactivo del ^{90}Sr
 λ : Constante de semidesintegración
 (0.02414634 años $^{-1}$).
 τ : Tiempo desde la fecha de referencia a la fecha de ensayo (años).

2.5. Límite de detección

El límite de detección instrumental se calculó con la siguiente ecuación:

$$LD = [4,66] * [\sqrt{CPMf}] * [60 * TC * Efi]^{-1}$$

Donde:

LD : Límite de detección instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio (Bq)
 $CPMf$: Cuentas por minuto del fondo.
 TC : Tiempo de lectura de la muestra (minutos)
 Efi : Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio (cps*Bq $^{-1}$)

2.6. Estimación de incertidumbres

2.6.1. Eficiencia instrumental:

$$\mu_{Efi} = \sqrt{[\mu_A * A_o^{-1}]^2 + [\delta_{CPMn} * CPMn^{-1}]^2}$$

$$U_{Efi} = 2 * \mu_{Efi} * Efi$$

Donde:

μ_{Efi} : Incertidumbre combinada de la eficiencia
 μ_A : Incertidumbre estándar de la actividad actual del patrón de calibración (Bq)

A : Actividad Actual del patrón (Bq)
 δ_{CPMn} : Desviación estándar de las cuentas netas por minuto del patrón de calibración.
 U_{Efi} : Incertidumbre Expandida de la eficiencia al 95% (K=2).
 Efi : Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio (cps*Bq $^{-1}$)

2.6.2. Concentración de actividad

Se utilizó la siguiente ecuación:

$$\mu_{CA} = \sqrt{[\mu_{Efi} * Efi^{-1}]^2 + [\delta_{CPMn} * CPMn^{-1}]^2}$$

$$U_{Efi} = 2 * \mu_{Efi} * A$$

Donde:

μ_{CA} : Incertidumbre combinada de la actividad
 μ_{Efi} : Incertidumbre estándar de la Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio.
 Efi : Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio (CPM*Bq $^{-1}$)
 δ_{CPMn} : Desviación estándar de las cuentas netas por minuto de la muestra.
 U_A : Incertidumbre Expandida de la concentración de actividad al 95% (K=2).

3. Resultados

El Sistema presenta un fondo instrumental distribuido en un rango de 2 a 7 cuentas por minuto (CPM) con una media de 5 ± 2 CPM y una variabilidad del 40 %. La lectura de la fuente MCR2001-059 presentó en promedio 168715 ± 177 CPM netas con una variabilidad del 0,10 % en cuatro repeticiones (Tabla 1). La eficiencia instrumental, para estos dos radionucleidos en equilibrio es igual a $24,8 \pm 0,3$ % cps/Bequerelios (Tabla 2) con un límite de detección de 0,7 Bequerelios (Tabla 3).

Tabla 1. Lectura de la fuente MCR2001-059.

Réplica	CPM totales	CPM Netas
01	168957	168952
02	168744	168739
03	168627	168622
04	168552	168547
Promedio	168720	168715
1 d.s.	177	177
Variabilidad	0,10%	0,10%

Tabla 2. Eficiencia instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio ($\text{CPM} \cdot \text{Bq}^{-1}$).

<i>Cuentas Netas</i>	\pm	δ_{CPMn}	<i>Eficiencia Instrumental</i>	\pm	<i>Incertidumbre Expandida (U)</i>
168715	\pm	177	0,247615805 (24,8%)	\pm	0,000797787 (0,32%)

Tabla 3. Límite de detección instrumental para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio.

<i>Cuentas Netas</i>	\pm	δ_{CPMn}	<i>Límite de Detección Instrumental (Bq)</i>
5	\pm	2	0,7

4. Conclusiones

El sistema de radiometría beta LAS-3A presenta una buena respuesta instrumental, en la actualidad tiene un 25% de eficiencia para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio.

El límite de detección instrumental es de 0,7 Bequerelios para tiempos de lectura cortos (un minuto), asumiendo un tiempo de lectura de 100 minutos, se estima que el límite bajaría a 0,007 Bequerelios.

El Decreto Supremo N° 009-97-EM (Reglamento de Seguridad Radiológica) en su Anexo II, Tabla II.3 indica que el nivel de intervención para la retirada o sustitución de alimentos contaminados con ^{90}Sr es de 0,1 kiloBequerelios/kilogramo de alimentos (100 Bq/kg) [4], asumiendo la capacidad del Laboratorio de Radioquímica de procesar 10 gr de muestra por ensayo, la concentración mínima detectable del sistema para $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ en equilibrio será de 7 Bq/kg para un tiempo de lectura de 10 minutos, con lo cual, se garantiza que el sistema de análisis permite verificar que las muestras de alimentos no sobrepasen los niveles permisibles de contaminación con ^{90}Sr .

5. Bibliografía

- [1] Osoreo J M, Martínez J, López E, Jara R, Anaya A. Programa de Vigilancia Radiológica Ambiental en el Área de Influencia del Centro Nuclear Oscar Miro Quesada de la Guerra "RACSO". Departamento de Control Ambiental. Instituto Peruano de Energía Nuclear. 2004.
- [2] International Atomic Energy Agency. Measurement of radionuclides in food and the environment. A Guidebook. Technical Reports Series No. 295. Vienna: Austria; 1989.
- [3] Osoreo J M, Gonzáles S, López, E. Procedimiento para la determinación de actividad beta global equivalente en harinas. PR N° 022-01-COAM. Departamento de Control Ambiental. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Versión 01 (Abr-2001). 10 páginas; 2001.
- [4] El Peruano. Reglamento de Seguridad Radiológica. Decreto Supremo N° 009-97-EM. 11 págs. 1997.

Calibración del sistema de radiometría de bajo fondo LB-4110 para determinación de actividad beta total

José Osores*

Laboratorio de Radioecología, Dirección de Investigación y Desarrollo.
Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, San Borja, Lima, Perú

Resumen

Un método de calibración para la determinación de actividad beta total en muestras ambientales fue desarrollado utilizando K-40 como material de referencia. El sistema de radiometría de bajo fondo LB-4110 evaluado presentó una adecuada respuesta instrumental, con una eficiencia de 11 % y un límite de detección instrumental de 0,1 Becquerelios para tiempos de lectura cortos y 0,01 Becquerelios para tiempo de recuento de 100 minutos.

Abstract

A method of calibration for the determination of total beta activity in environmental samples was developed using K-40 as reference material. The LB-4110 low-background radiometry system evaluated showed a suitable instrumental response, with an efficiency of 11 % and an instrumental detection limit of 0,01 Becquerel for short times of counting and 0,01 Becquerel for counting times of 100 minutes.

1. Introducción

El Sistema de radiometría LB4110 permite la ejecución de ensayos para la determinación de radiactividad beta total equivalente en muestras ambientales [1], así como de radionucleídos específicos emisores de partículas beta los cuales deben ser previamente separados por métodos radioquímicos [2].

El monitoreo de la actividad beta total o beta global (Gross Beta) en muestras ambientales permite identificar rápidamente una eventual contaminación radiactiva habida cuenta que prácticamente todos los radionucleídos de importancia radiosanitaria y ambiental son emisores beta y gamma [3].

En el presente documento se muestra la metodología de calibración del sistema LB4110 para la determinación de la actividad beta total equivalente a K-40 del Sistema LB4110 para muestras acondicionadas en planchetas circulares de 50 mm de diámetro.

2. Material y Métodos

2.1. Sistema de radiometría LB4110

Compuesto de ocho detectores proporcionales con sus respectivos detectores de coincidencia, este sistema requiere para su

funcionamiento de la provisión de gas P-10 (Argón-Metano). Estos detectores están conectados con un módulo de control que recibe la información y es transferida a una computadora personal Pentium I.



Figura 1. Sistema de Radiometría LB-4110.

2.2. Material de referencia

Como material de referencia se utilizó 6,6592 gramos de cloruro de potasio anhidro el cual presenta en forma natural ^{40}K con una actividad de 30,944 Becquerelios por gramo de potasio [4]. La fracción estequiométrica del K en el KCL es de 0,5244482.

La actividad total evaluada fue:

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe

$$A = \left[6,6592 \frac{gKCl}{gKCl} \right] * \left[0,5244482 \frac{gK}{gKCl} \right] * \left[30,944 \frac{Bq}{gK} \right]$$

$$A = 108,0689 Bq$$

Actividad ⁴⁰K : 108 Bequerelios
 Fecha de referencia : 01-Ene-2008

2.3. Cálculo de eficiencia

La eficiencia para ⁴⁰K se calculó con la siguiente ecuación [5]:

$$Efi = [CPMp - CPMf] * [60 * Ao * exp^{-\lambda\tau}]^{-1}$$

Donde:

- Efi : Eficiencia instrumental para ⁴⁰K (cps*Bq⁻¹).
- CPMp: Cuentas por minuto del ⁴⁰K.
- CPMf: Cuentas por minuto del fondo instrumental.
- Ao : Actividad inicial del ⁴⁰K (Bq).
- e^{-λτ}: Decaimiento radiactivo del ⁴⁰K.
- λ : Constante de semidesintegración del ⁴⁰K.
- τ : Tiempo desde la fecha de referencia a la fecha de ensayo (años).

2.4. Límite de detección

El límite de detección instrumental se calculó con la siguiente ecuación:

$$LD = [4,66] * \left[\sqrt{2 * CPMf} \right] * [60 * TC * Efi]^{-1}$$

Donde:

- LD: Límite de detección instrumental para K-40 en equilibrio (Bq).
- CPMf: Cuentas por minuto del fondo instrumental.
- TC: Tiempo de lectura de la muestra (minutos).
- Efi: Eficiencia instrumental para ⁴⁰K (cps*Bq⁻¹).

2.5. Estimación de incertidumbres

$$\mu_{Efi} = \sqrt{\left[\mu_A * A_o^{-1} \right]^2 + \left[\delta_{CPMn} * CPMn^{-1} \right]^2}$$

$$U_{Efi} = 2 * \mu_{Efi} * Efi$$

Donde:

- μ_{Efi} : Incertidumbre combinada de la eficiencia.
- μ_A : Incertidumbre estándar de la actividad actual del patrón de calibración (Bq).
- A : Actividad Actual del patrón de calibración (Bq).
- δ_{CPMn} : Desviación estándar de las cuentas netas por minuto del patrón de calibración.

- U_{Efi} : Incertidumbre Expandida de la eficiencia al 95% (K=2).
- Efi : Eficiencia instrumental para ⁴⁰K (cps*Bq⁻¹).

3. Resultados

Las Tablas 1 y 2 presentan los parámetros instrumentales utilizados para la ejecución del experimento durante las lecturas de fondo y del material de referencia.

Tabla 1. Lectura de fondo instrumental.

Código de Lectura	AB0310006-Beta Fondo	
Parámetros MCA	Beta – Límite inferior	0%
	Beta – Límite superior	100%
	Alfa – Límite inferior	100%
	Alfa – Límite superior	100%
	Umbral (treshold)	1%
Tiempo de Lectura	Pre-establecido (minutos)	30
	Adquisición por muestra	1
	Entre adquisiciones (minutos)	0
Control de Detectores	Voltaje inicial (voltios)	1500
	Intervalo de voltaje	0
	Tiempo de purgación	s/v
Lecturas	Detector ID	A1
	Sample ID	Fondo
	Alpha	3
	Beta	51
	Guard	14510
	TOD	10/03/2006 03:27:26 p.m.
	Cuentas Beta Totales	51
	CPM Beta	1,7
	Error Estándar (CPM)	0,2

La tabla 3 presenta la eficiencia instrumental resultante y la tabla 4 muestra el límite de detección instrumental para diferentes tiempos de recuento.

Tabla 2. Lectura del material de referencia.

Código de lectura	AB0310005-Beta K40	
Parámetros MCA	Beta – Límite inferior	0%
	Beta – Límite superior	100%
	Alfa – Límite inferior	100%
	Alfa – Límite superior	100%
	Umbral (treshold)	1%
Tiempo de lectura	Pre-establecido (minutos)	10
	Adquisición por muestra	1
	Entre adquisiciones (minutos)	0
Control de detectores	Voltaje inicial (voltios)	1500
	Intervalo de voltaje	0
	Tiempo de purgación	s/v
Lecturas	Detector ID	A1
	Sample ID	K40 – 108 Bq
	Alpha	10
	Beta	7736
	Guard	4875
	TOD	10/03/2006 02:54:28 p.m.
	Cuentas Beta Totales	7736
	CPM Beta Totales	773,6
	Error Estandar (CPM)	8,8
	CPM Beta Netas	771,9
	Error Estandar Neto (CPM)	8,8

Tabla 3. Eficiencia instrumental para K-40 (CPM*Bq⁻¹).

<i>Eficiencia Instrumental</i>	\pm	<i>Incertidumbre Expandida (U)</i>
0,119120 (12%)	\pm	0.012218 (10%)

Tabla 4. Límite de detección para K-40.

CPM Total Fondo Promedio	Tiempos Estimados de Lectura (minutos)	Límite de Detección (Bequerelios)
1,7	10	0,1202
	20	0,0601
	30	0,0401
	60	0,0200
	100	0,0120

4. Conclusiones

El sistema de radiometría de bajo fondo LB4110 presenta una adecuada respuesta instrumental, en la actualidad tiene un 11% de eficiencia para ⁴⁰K.

El límite de detección instrumental es de 0,1 Bequerelios para tiempos de lectura cortos (diez minutos), asumiendo un tiempo de lectura de 100 minutos, se estima que el límite bajaría a 0,01 Bequerelios.

5. Bibliografía

- [1] Oxford Instruments Inc. LB4100-W Low-Background System. Version 1.10. Oak Ridge. USA 1995. 185 p.
- [2] Osore JM. Calibración del sistema de radiometría beta LAS-3A de centelleo plástico con ⁹⁰Sr+⁹⁰Y. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Control Ambiental. Documento Técnico DT06-005-COAM.[Informe Interno]. Lima: Perú; 2006.
- [3] International Atomic Energy Agency. Measurement of radionuclides in food and the environment. A Guidebook. Technical Reports Series 295. Viena: Austria; 1989.
- [4] Ruiz de Pardo C. Calibraciones del contaje beta total. Boletín de la Junta de Control de Energía Atómica. Lima, Perú. Junio 1967 enero-junio; 12(57): 81-90.
- [5] Osore JM, González S, López E. Procedimiento para la determinación de actividad beta global equivalente en harinas. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Control Ambiental. PR N° 022-01-COAM. Versión 01. [Informe Interno]. Lima: Perú; 2001.

VII. Aspectos Generales

Proyecto instalación de un ciclotrón para la producción de radioisótopos orientados al diagnóstico precoz de enfermedades oncológicas

Carlos Gayoso^{1,*}, Manuel Castro², Lourdes Zegarra¹

¹ Oficina de Planeamiento y Presupuesto, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Dirección de Producción, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Para la instalación de un ciclotrón se ha elaborado un perfil de Proyecto de Inversión Pública (PIP), dentro del marco del Sistema Nacional de Inversiones Públicas (SNIP). A este proyecto, que el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) presentó a la Oficina de Programación e Inversiones (OPI) del Sector Energía y Minas el 17 de noviembre de 2008, se le asignó el Código SNIP N° 65729. El PIP fue aprobado por esta instancia, a nivel de perfil el 25 de noviembre de 2008. Esta aprobación le permite al IPEN realizar el estudio a nivel de Factibilidad del Proyecto de Inversión para el emplazamiento del ciclotrón en nuestro país.

Abstract

For the installation of a cyclotron facility a profile of Project of Public Investment (Proyecto de Inversión Pública, (PIP)) has been elaborated within the framework of the National System of Public Investments (Sistema Nacional de Inversiones Públicas (SNIP)). This project, code assigned SNIP N° 65729, was presented by the Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) to the Oficina de Programación e Inversiones (OPI) of the Mining and Energy Sector the 17th of November, 2008. This PIP was approved at profile level the 25th November, 2008. This approval allows IPEN to perform the feasibility study of the Investment Project for location of the cyclotron facility in our country.

1. Introducción

El cáncer en el Perú es la segunda causa de muerte y representa un problema de salud pública en el país. Muchos de los pacientes podrían ser tratados y curados con un diagnóstico precoz, permitiéndoles un adecuado tratamiento y una evaluación objetiva del mismo.

Actualmente, la medicina nuclear dispone de instrumentos y equipos de última generación que posibilitan diagnósticos y tratamientos efectivos para las neoplasias. La fusión de la Tomografía por Emisión de Positrones y la Tomografía Computarizada PET/CT, es una de ellas.

En este ámbito, el Estado peruano, a través de IPEN, ha realizado un estudio de factibilidad para instalar un ciclotrón para la producción de radionúclidos emisores de positrones como el ¹⁸F - FDG (Fluor Deoxiglucosa marcada con Fluor 18) para su utilización en el diagnóstico y estudio precoz del cáncer y

otras enfermedades coronarias y del sistema neurológico.

El adecuado entrenamiento de personal especializado en tecnología nuclear PET/CT y ciclotrón, son necesarias.

A pesar del alto costo que se incurre en la instalación de un ciclotrón, esta se ha incrementado en América Latina durante los últimos años, haciendo posible su acceso a población en general. En América Latina muchos de los ciclotrones se encuentran a cargo de las instituciones públicas del Sector Energía.

La instalación del ciclotrón tendrá un impacto significativo entre la comunidad médica y científica, por las aplicaciones específicas en la prevención de la salud. Esta tecnología abre inmensas posibilidades a la

* Correspondencia autor: cgayoso@ipen.gob.pe

investigación científica con la participación de físicos, ingenieros y otros especialistas.

Con relación a la salud, se debe destacar la declaración mundial sobre el cáncer en el año 2006, que establece lo siguiente:

“Los esfuerzos destinados por un país a solucionar el problema del cáncer son una inversión en la salud de la población y, por lo tanto, son una inversión en la salud económica del país”.

Asimismo, el Plan Estratégico Sectorial Multianual PESEM 2008-2011 del Sector Energía y Minas considera que los proyectos del IPEN contribuyen al logro del objetivo específico *“Desarrollar y promover la ciencia y tecnologías nucleares y afines en beneficio de la población, así como regular y fiscalizar el uso seguro de las radiaciones ionizantes”.*

Por estas consideraciones, el proyecto “Instalación de un Ciclotrón para producir radioisótopos para la salud en Lima” está enmarcado en la programación multianual de inversión pública 2009 – 2011 del Sector de Energía y Minas.

2. Marco teórico

2.1 El ciclotrón

Es un acelerador de partículas que utiliza protones (núcleos de hidrógeno) a los que les transfiere alta energía mediante el empleo de campos eléctricos alternos. Los protones se aceleran en una órbita circular, utilizando campos magnéticos, hasta alcanzar una energía máxima. Estas partículas altamente energéticas se dirigen hacia unos blancos (compuestos químicos) con los que colisionan, y mediante una reacción nuclear, producen radioisótopos que se desintegran emitiendo positrones de vida media corta.

Estos radioisótopos se incorporan a diversas moléculas biológicas marcadas, como la glucosa, que al ser inyectadas al organismo humano, sirven para la localización de las lesiones, permitiendo de este modo hacer diagnósticos clínicos de diversa índole en un tomógrafo de emisión de positrones (PET).

Los radioisótopos que se producen en el ciclotrón son:

- Flúor 18 : Vida media 110 minutos.

- Oxígeno 15: Vida media 2,1 minutos.
- Carbono 11: Vida media 20,4 minutos.
- Nitrógeno 13: Vida media 10 minutos.
- Y otros como el ^{123}I , ^{201}Tl , ^{67}Ga , ^{111}In , ^{57}Co , ^{81}Rb .



Figura 1. Vista de un ciclotrón.

2.2 La Tomografía por Emisión de Positrones (PET)

PET es un proceso de diagnóstico por imagen tridimensional más avanzada y precisa, en el cual se administran a los pacientes radionúclidos emisores de positrones (electrones con carga positiva), que son generados por medio de un ciclotrón. Mediante esta técnica se obtiene información dinámica del funcionamiento de los órganos o tejidos objeto de estudio, permitiendo determinar su metabolismo celular.



Figura 2. Imagen PET de cuerpo entero.

2.3 Aplicaciones del PET:

En **oncología** se aplica para visualizar y cuantificar lesiones cancerosas; y precisar el grado de compromiso de la enfermedad con otros órganos, en una sola imagen de cuerpo entero

En **neurología** se aplica para la localización de focos de epilepsia, síndrome de Parkinson, Alzheimer, aneurismas cerebrales, enfermedades depresivas.

En **cardiología** es aplicada para la localización de lesiones cardiovasculares.

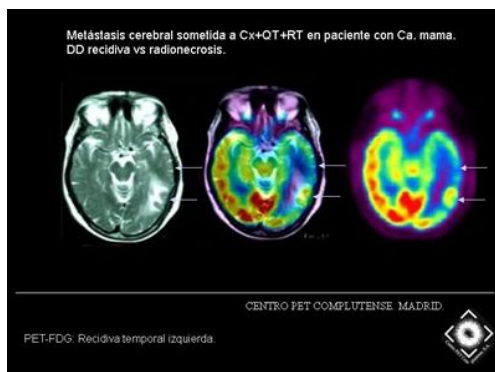


Figura 3. Imagen PET al cerebro

Esta tecnología tiene las siguientes ventajas:

- Diagnóstico preciso y precoz del cáncer.
- Diferenciación entre tumores benignos y malignos.
- Determinación del grado de malignidad de la tumoración; y por lo tanto, predicción de su curso.
- Estadificación de la extensión de la enfermedad, al poder mostrar en una imagen el tumor primario, la afectación ganglionar y las metástasis.
- Confirmación de la significación de las lesiones encontradas en TAC, RM y estudios de rayos X.
- Control de la respuesta al plan de tratamiento.
- Detección de posible recurrencia de la enfermedad, especialmente en pacientes con marcadores tumorales elevados, aun con resultados negativos con otras técnicas de examen.

- Evita cirugías innecesarias debido a diagnósticos equivocados.
- Diagnóstico diferencial entre recurrencia tumoral y cicatrización o radio necrosis, en especial por quimioterapia o radioterapia.
- Manejo temprano de las terapias, reduciendo o evitando el costo de tratamientos ineficaces.

Podemos resumir que para la exploración mediante PET son necesarios tres componentes:

- a) El **ciclotrón**, donde se producen los radionúclidos a utilizar.
- b) El laboratorio de radiofarmacia, donde se realizan los procesos de síntesis y marcación de las diversas moléculas utilizadas.
- c) Tomógrafo PET, con el cual se obtienen las imágenes del paciente.

3. Fundamentos del Proyecto

3.1 Objetivo del proyecto

El Proyecto de Inversión cuenta con un Objetivo Central para el logro y solución de:

Disminución de las enfermedades oncológicas con estadio avanzado en la población del Perú.

3.2 Alternativa de solución

La culminación del proyecto, permitirá al país:

- Contar con la tecnología del ciclotrón.
- Contar con médicos oncólogos capacitados en la tecnología del PET.
- Disponer de personal técnico capacitado en la operación y mantenimiento del ciclotrón; así como en la producción y control de calidad de radiofármacos marcados con radioisótopos emisores de positrones.

3.3 Estudio de mercado

Según las Oficinas de Estadística de las siguientes instituciones que diagnostican casos de cáncer, mostraron que en el año 2004 se generaron: En el Instituto Nacional

de Enfermedades Neoplásicas (INEN) 233 595 consultas por cáncer; y en el mismo período el Ministerio de Salud (MINSA) registró 74 521 casos de cáncer. El Seguro Social de Salud (EsSALUD) durante los años 1998 al 2004 reportó 109 040 casos.

Otro Indicador importante que muestra el INEN es la apertura de historias clínicas según procedencia geográfica de los pacientes, estas muestran que del total de atenciones registradas por cáncer un 55% corresponden a Lima y Callao y un 45% a pacientes provenientes a otras Regiones del Perú.

Debido a que en los últimos años no se cuenta con un registro de cáncer unificado,

encontrándose información fragmentada, utilizaremos la información estadística del INEN, como una de las fuentes más importantes para casos de cáncer o pacientes oncológicos.

De acuerdo con el estudio de mercado se ha estimado una demanda efectiva anual del sector salud de 14 000 pacientes al año que harán uso de la dosis del radio fármaco producida por el ciclotrón.

En la Figura 4 se muestra el proceso de distribución porcentual en el uso de la tecnología de diagnóstico por imagen en enfermedades oncológicas:

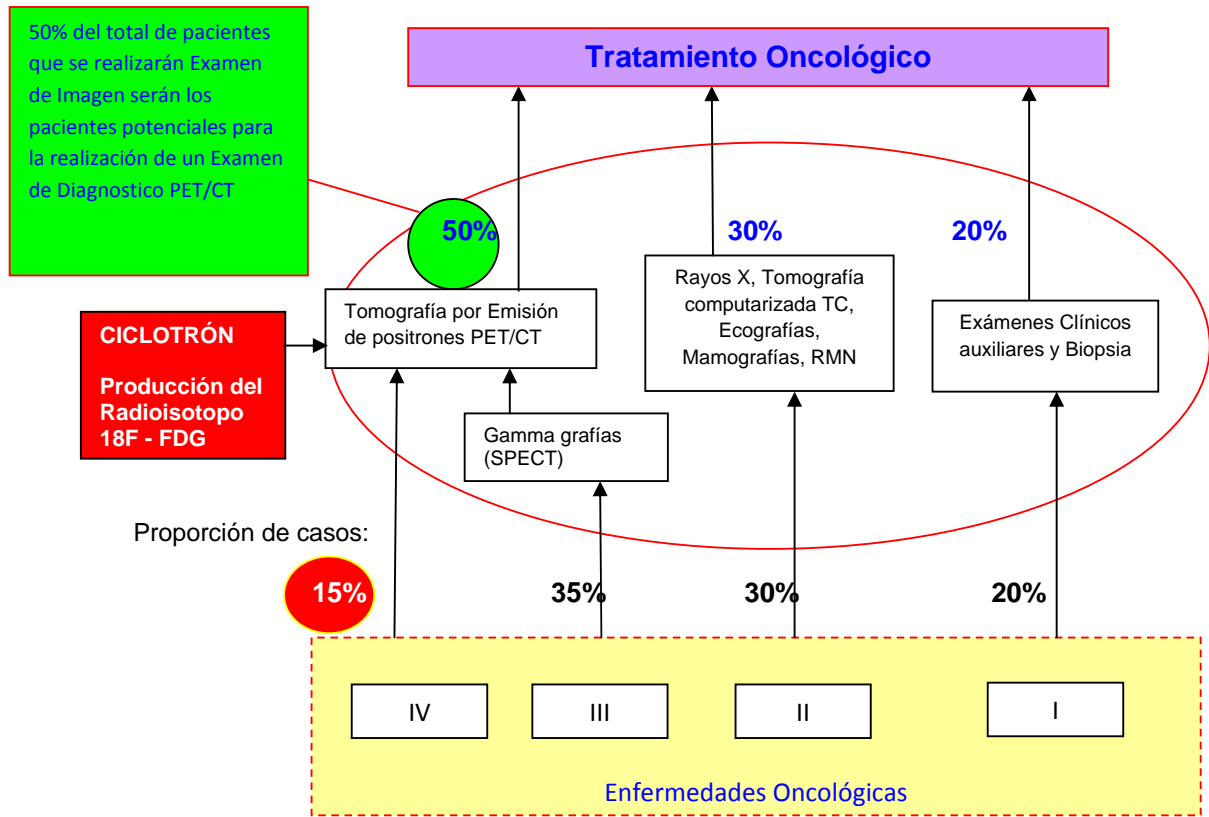


Figura 4. Distribución estimada de la demanda de tipos de tratamiento según enfermedad oncológica.

- Enfermedad Oncológica I: Lesiones externas, con detección por muestreo superficial o realización de exámenes clínicos auxiliares sencillos.
- Enfermedad Oncológica II: Tumores que han crecido. Con diagnóstico de carácter benigno o maligno.
- Enfermedad Oncológica III: Tumores que van a responder a la quimioterapia, con

estadio del cáncer, grado de avance o extensión de la enfermedad determinado. El diagnóstico contaría con información complementaria para decidir el tipo de tratamiento o cirugía.

- Enfermedad Oncológica IV: Tumores recurrentes con aumento del grado de malignidad y diagnóstico que sugiere una recidiva y necesita ser diferenciado de otras entidades (como cambios por el tratamiento anteriormente recibido).

3.4 Estudio Técnico

El proyecto tiene las siguientes características:

- Ciclotrón compacto con alto grado de automatización, acelerador de protones de 10 a 18 MeV, energía suficiente para producción de FDG-F18 y programas de investigación.
- Equipamiento: Celdas blindadas con 10 cm de plomo para albergar sus respectivos módulos de síntesis, fraccionamiento, equipamiento de producción y control de calidad.
- Sala de controles, laboratorio de radioprotección y taller de mantenimiento.
- Servicios requeridos por el ciclotrón: Gases de alta pureza, provisión de agua de a baja temperatura y sistema de ventilación.
- Área aproximada del proyecto: 600 m².
- Costo de Inversión: Actualizado asciende a alrededor de S/. 17 500 000,0 nuevos soles.

3.5 Beneficios e impactos del proyecto

Algunos de los beneficios que el proyecto "Instalación de un Ciclotrón" generaría en la población o paciente son:

- La población del Perú tendría acceso a servicios de diagnóstico eficaz del cáncer.
- Disminución de gastos en el paciente debido a la realización de un examen PET.
- Incremento en la esperanza de vida.
- Mejora de la calidad de vida.
- Disminución en la tasa de mortalidad.

El Impacto Social del Proyecto es otro de los factores importes que se evalúa, siendo este el siguiente:

Reducir la Tasa de Mortalidad del Cáncer en la Población del Perú en un 15% para el año 2016.

4. Conclusiones

- El Proyecto "Instalación de un Ciclotrón para producir Radioisótopos para la Salud en Lima", tiene un beneficio social de importancia alta, como es la disminución de la enfermedad oncológica avanzada en la población del Perú.

- La población beneficiaria se estima en 14 000 pacientes anuales, y están comprendidos dentro del grupo que potencialmente pueden acceder a realizarse un examen PET.

- La alternativa de solución al problema, tecnológicamente contribuirá a la mejora de la calidad y esperanza de vida de la población con enfermedades oncológicas, logrando que el paciente tenga un diagnóstico preciso liberándolo de gastos innecesarios por tratamientos o cirugías no precisos, así como los gastos que incurren los pacientes al realizar sus diagnósticos en el extranjero.

- El país puede dar un salto tecnológico importante. La instalación de un ciclotrón, que unido a la tecnología PET, constituye una herramienta poderosa para el diagnóstico temprano y preciso de las enfermedades oncológicas, neurológicas y cardiovasculares.

- El proyecto generará una respuesta positiva de las diferentes instituciones del sector salud e instituciones privadas y mayor aún de la población beneficiaria.

- Se conoce que el cáncer en su etapa temprana es prácticamente curable, allí radica la importancia de esta tecnología en el diagnóstico temprano que solo se pueden lograr utilizando radioisótopos emisores de positrones.

- El IPEN por su amplia experiencia y trayectoria en el dominio de la tecnología, la producción, protección radiológica y manejo de material radiactivo es la entidad nacional competente para llevar a cabo este proyecto. El proyecto planteado está de acuerdo con los lineamientos de la política del Sector Energía y Minas.

5. Referencias

- [1]. Ministerio de Economía y Finanzas. Directiva General del Sistema Nacional de Inversión Pública. Directiva N° 001-2009 - /68.01 (aprobada por Resolución Directoral No. 002-2009-EF/68.01.)
- [2]. Ministerio de Economía y Finanzas. Guía general de identificación, formulación y evaluación social de proyectos de inversión pública a nivel de perfil. Lima: Perú.
- [3]. Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas. Estadística del INEN. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.inen.sld.pe/intranet/estadestadisticos.htm>
- [4]. Ministerio de Salud (MINSA). Oficina de Estadística e Informática. Lima: Perú.
- [5]. Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas. Registro de Cáncer de Lima Metropolitana 1993-1997. Lima: Perú.
- [6]. International Atomic Energy Agency. Cyclotron produced radionucleidos: Principles and practice. Technical Reports Series 465. Vienna: Austria; 2008. <http://inisdb.iaea.org/inis/php/index.php>
- [7]. International Atomic Energy Agency. Trends in Radiopharmaceuticals. Volume 2. Vienna: Austria; 2005.
- [8]. Instituto de Salud Carlos III. Tomografía por Emisión de Positrones con 18 FDG en Oncología Clínica. Revisión Sistemática. Informe de Evaluación de Tecnología Sanitaria N° 30. Madrid: España; 2001.
- [9]. Universidad de Navarra. II curso teórico práctico PET: Producción de Radionúclidos PET. Síntesis de radiofármacos marcados con Fluor-18. Servicio de Medicina Nuclear. Clínica Universitaria.
- [10]. Equipamiento Celda Caliente y Celda de Fraccionamiento. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.comecer.com/nuclear-power-plant-equipment/>
- [11]. Compañía proveedora del Kit FDG y accesorios. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.abx.de/kits-iba.html>
- [12]. Compañía proveedora de Ciclotrón y Modulo de Síntesis. [serie en Internet]. Disponible en: http://www.gehealthcare.com/usen/fun_img/radiopharmacy/index.html
- [13]. Compañía Proveedora de Ciclotrón y modulo de Síntesis. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.medical.siemens.com/>
- [14]. Compañía proveedora de agua enriquecida. [serie en Internet]. Disponible en: http://www.medicalisotopes.com/search_cat.asp?find=512
- [15]. International Atomic Energy Agency. Directory of cyclotrons used for radionuclide production in Member States. Vienna: Austria; 2002.
- [16]. Solidoro Santisteban A. Cáncer en el Perú del 2000: Hechos, cifras y realidades. Diagnóstico. 2001; 40(6).
- [17]. Barriga Noriega O. 50 años de lucha contra el cáncer. Investigación Oncológica. 2000 Sep-Dic; 7(3-4).
- [18]. Comisión Nacional de Energía Atómica. Ciclotrón de producción de radioisótopos. CNEA, Proyecto Ciclotrón. Buenos Aires: Argentina.

El Sistema de la calidad en los laboratorios de técnicas analíticas nucleares y complementarias del IPEN: Balance de 12 años

Blanca Torres *

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Dentro del programa a nivel regional “Acuerdo Regional de Cooperación para América Latina y el Caribe (ARCAL) del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA), se participó en dos proyectos: ARCAL XXVI y ARCAL LXXVI, el primero con el fin de implementar un sistema de la calidad dentro de la NTP- ISO 17025 “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo”, en laboratorios que utilizan técnicas nucleares y convencionales y el segundo para su sostenibilidad. En el presente artículo se detalla la metodología, las actividades desarrolladas, las experiencias y los logros alcanzados por los laboratorios participantes del IPEN.

Abstract

Within the programme at regional level “Co-operation Agreement for the Promotion of Nuclear Science and Technology in Latin America and the Caribbean (ARCAL), analytical technique laboratories were involved in two projects, ARCAL XXVI and ARCAL LXXVI. The first project was for implementing a quality system to meet the requirements of NTP ISO 17025 2005 for competence of calibration and testing laboratories in laboratories using nuclear and conventional techniques. The second project was for achieving laboratory sustainability. The present article details the methodology, activities, experiences and achievements obtained by the laboratories participants of IPEN.

1. Introducción

En la década de los años 80 y 90 fueron acondicionados y puestos en operación los laboratorios del IPEN que utilizaban técnicas analíticas nucleares; paralelamente, un grupo de profesionales fueron capacitados, en colaboración con el OIEA y dentro de sus diversos programas de apoyo, para investigar y desarrollar los métodos analíticos.

En el año 1996 para iniciar el primer proyecto sobre el tema, se consideró que después de haber desarrollado las técnicas, era necesario también asegurar que los resultados fueran confiables y veraces. Para ese entonces, ya se habían realizado inter-comparaciones de resultados entre los laboratorios y se observó que éstos no eran reproducibles. Por esta razón se aprobó el proyecto “Aseguramiento de la Calidad en los laboratorios analíticos ARCAL XXVI” participando por el país los laboratorios de activación neutrónica (AAN) fluorescencia de rayos-x (FRX) y control ambiental (COAM).

Sin embargo, para mantener el cumplimiento de los requisitos de la norma NTP- ISO

17025 “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de calibración y ensayo”[1], se hizo imprescindible contar nuevamente con el apoyo del programa y se propuso el segundo proyecto a nivel regional que fue aprobado en el año 2002, ARCAL LXXVI “Sostenibilidad de los sistemas de la calidad en los laboratorios que utilizan técnicas analíticas nucleares y complementarias”, en ella participaron los laboratorios de AAN, FRX, COAM y el laboratorio de radio protección y dosimetría (RADO).

2. Objetivo

Los objetivos de ambos proyectos fueron el diseño de un programa de Aseguramiento de la Calidad e implementar un Sistema de Gestión de la Calidad (SGC) para lograr un reconocimiento o la acreditación Nacional; garantizar y mejorar el nivel alcanzado en la implementación del SC en los laboratorios analíticos; desarrollar la capacidad de organización de los ensayos ínter laboratorios nacionales y fortalecer la capacidad regional;

* Correspondencia autor: btorres@ipen.gob.pe

armonizar criterios de evaluación de la incertidumbre de los resultados; contar con un auditor líder en cada país y crear las bases para el reconocimiento mutuo entre los laboratorios de la región. Todos estos objetivos con el propósito de asegurar la confiabilidad de los resultados obtenidos mediante las técnicas analíticas nucleares y complementarias, considerándose como tales la AAN, FRX, absorción atómica (AAS) y espectrometría nuclear (EN).

3. Metodología

Para implementar el SC y participar en los proyectos, se identificaron dos requisitos importantes; en primer lugar, el compromiso financiero y administrativo de la Alta Dirección de la institución durante el proceso de implementación, responsabilidad que asumieron los funcionarios de ese entonces, y en segundo lugar, contar con laboratorios equipados y personal capacitado.

El programa se realizó con metas bien definidas en acciones y tiempo, la metodología en general fue la siguiente: Redacción del Manual de la Calidad aplicando la NTP ISO/IEC 17025 [2,3], así como los procedimientos e instrucciones tanto de gestión como técnicos; actualización y capacitación de los profesionales, a través de cursos, talleres y asesoramiento tanto regionales como nacionales en: Gestión de la Calidad (Uruguay, Perú (1998)), metrología y calibración en técnicas analíticas (Chile, Uruguay (1999)), formación de auditores internos y líder (Bolivia, Perú (1999-2000)), validación de métodos de ensayo e incertidumbre de las mediciones (Chile); entrenamiento en grupo de las técnicas de FRX y EN (Cuba y Chile); participación en ensayos de aptitud (organizados por organismos internacionales (2000-2009)); auditorías (2000) y contribución por parte de ARCAL con materiales de referencia, fuentes de calibración y soluciones estándar.

Para desarrollar una red de aseguramiento y control de la calidad, a solicitud del IPEN y ARCAL, el laboratorio de referencia Centro Panamericano de la Salud y Medio Ambiente (CEPIS) organizó un ensayo de aptitud ínter laboratorios en muestras de agua [4] evaluándose a 48 laboratorios de la región.

Para crear las bases de reconocimiento mutuo entre los laboratorios de la región se elaboró una base de datos de sus capacidades analíticas en la página Web de ARCAL.

Se contó con el acertado asesoramiento para temas de tecnología química del Ph.D. Peter Bode (OIEA), especialista en análisis por activación neutrónica, consultor y asesor en la implementación de SC [5], quien con su larga experiencia como investigador en técnicas analíticas nucleares hizo un aporte preciso para la implementación del SC, en conjunto con la Dra. Teresita Villar experta en gestión de la calidad y auditorías, con los auditores: Dr. Peter de Regge y la Dra. Magali Gácita, ambos auditores del OIEA.

4. Logros y resultados

En análisis por activación neutrónica, con el fin de asegurar la calidad de los resultados se tomaron entre otras las siguientes acciones: Se elaboraron programas de mantenimiento para los equipos, con el personal calificado, entrenado y autorizado para la operación del equipamiento; se adecuó el tipo y cantidad de los monitores de flujo en función de la facilidad de irradiación; se establecieron procedimientos para el envío de muestras, contemplando la seguridad radiológica, medición del flujo electrónico, cálculo de las variables críticas, control de parámetros de razón de flujo neutrónico térmico y epitérmico[6], factor de corrección de la conducta no ideal del flujo epitérmico en cada cambio de configuración del núcleo [7], factor de corrección del efecto suma por coincidencia[8]; igualmente, se establecieron procedimientos para mantener la misma geometría entre patrón y muestra, los tiempos de irradiación y medición se sincronizaron con el reloj atómico de alta precisión (NIST F1), se controlaron las impurezas de las cápsulas de irradiación, porta muestra y blindaje.

En general, en los laboratorios participantes: los detectores de los sistemas de espectrometría gamma y fluorescencia de rayos X son calibrados sistemáticamente en energía y eficiencia (Figura 1); corrección del tiempo muerto y el efecto pile up mediante un generador de pulsos, uso de valores extrapolados para corregir efectos de autocoincidencia verdadera gamma-gamma; la corriente de tierra es controlada para

monitorear la presencia de ruido electrónico en la línea de tensión; cálculo de factores de corrección por interferencia espectral; verificación y registro de la estabilidad y resolución del ángulo crítico del sistema, mediante fuentes de calibración (¹⁵²Eu); calibración de balanza y de los materiales de medición, control de temperatura y humedad en los ambientes de medición, control de la calidad del detector mediante la razón FTWM/FWHM y monitoreo de la resolución a altas y bajas energías.

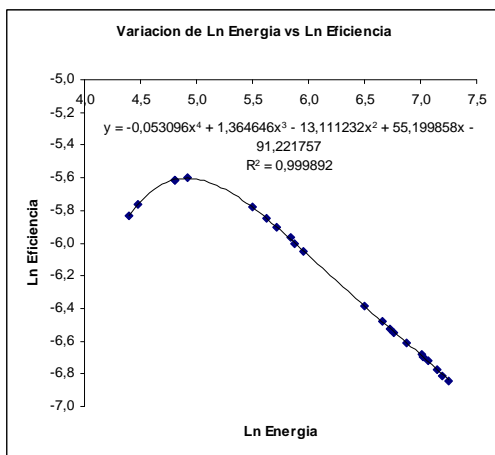


Figura 1. Cálculo de la eficiencia en función de la energía.

Todos los instrumentos de medición que se utilizan, tales como: pH metros, reloj, estufas, horno, termómetros, higrómetro se encuentran calibrados y son trazables a estándares internacionales. Todo equipo nuevo es verificado y probado por personal calificado.

Aseguramiento de la calidad de los resultados: como se informan fundamentalmente valores de concentraciones de elementos químicos, la trazabilidad y veracidad de los resultados se controlan simultáneamente analizando materiales de referencia (MRC) de matriz parecida o equivalente a la muestra problema ver un ejemplo en la Tabla 1. La política general es analizar por duplicado y verificar que los resultados se encuentren bajo control siguiendo procedimientos disponibles (Figuras 2 y 3).

Tabla 1. Uso de materiales de referencia en muestras de ceniza de carbón NIST 1633 Coal Fly Ash. Resultados en mg/kg +/- IC.

Elemento	NIST 1633 +/- I.C.	QUIM +/- U _{exp}
Al	680 +/- 220	750 +/- 140
As	0,63 +/- 0,16	0,69 +/- 0,12
Ba	709 +/- 27	753 +/- 132
Cr	198,2 +/- 4,7	199,6 +/- 5,4
Fe*	7,78 +/- 0,23	7,78 +/- 0,23
K*	1,95 +/- 0,03	1,95 +/- 0,02
Mg	0,482 +/- 0,008	0,465 +/- 0,05
Mn	131,8 +/- 1,7	126,5 +/- 2,6
Na*	0,201 +/- 0,003	0,206 +/- 0,007
Sr	1041 +/- 14	1035 +/- 5,1
Th	25,7 +/- 1,3	24,3 +/- 0,7
Ti	0791 +/- 0,014	0,738 +/- 0,02
U	8,79 +/- 0,36	7,62 +/- 0,73
V	295,7 +/- 3,6	299 +/- 16

* resultados en %

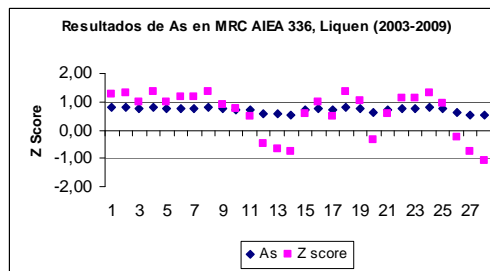


Figura 2. Carta de control de seguimiento de los resultados de As en material biológico en función del Z-score.

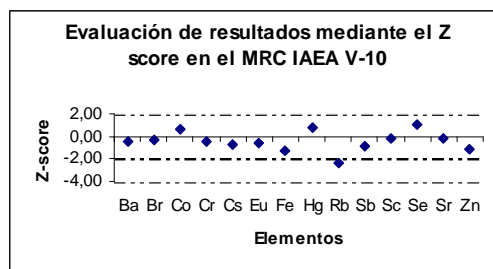


Figura 3. Carta de control de evaluación de resultados.

El proyecto permitió ingresar al conocimiento apropiado de los requerimientos de la norma y procedimientos dirigidos al control de la calidad de los resultados analíticos.

Con la ejecución de este proyecto se alcanzó la implantación del SC, brindando confiabilidad en la aplicación de las técnicas analíticas nucleares y obteniendo un reconocimiento del OIEA a los laboratorios

participantes que alcanzaron el puntaje necesario durante las auditorías realizadas por expertos del OIEA. El sistema de la calidad se implantó a nivel del Departamento de Química y Control Ambiental, consiguiéndose una mejor gestión.

En el aspecto técnico, permitió identificar posibles fuentes de error que afectan la exactitud de los análisis y tomar las medidas preventivas y correctivas, todos los laboratorios validaron sus ensayos de rutina indicando el grado de incertidumbre de sus resultados [9].

Se tuvo el apoyo y el reconocimiento por parte de las autoridades del IPEN y el Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y

Ciencias del Ambiente (CEPIS) para realizar la organización y evaluación del ensayo de aptitud en matriz de agua para los proyectos RLA/2/011 y RLA/8/031, ofreciendo a la región servicios de organización y evaluación de ensayos de aptitud en matriz agua.

Los laboratorios participan cada año en ensayos de aptitud con el fin de evaluar sus resultados y cumplir con los requerimientos de la norma, (Tabla 2 y Figura 4) [10,11]. Cabe informar que la evaluación con el Z score nos indica que los resultados con un Z-score 1 o -1 es satisfactorio, con un Z-score 2 ó -2 es cuestionable y con Z-score 3 ó -3 es insatisfactorio [12].

Tabla 2. Participación en las rondas de intercomparación durante los años que se establecieron el sistema de gestión de la calidad en los laboratorios de AAN y AAS 2000-2008.

Fecha	Organizador	Nombre	Muestras
Feb, 1998	IAEA- ARCAL XXVI [13]	Proficiency Test	IAEA SL-1 sediment
Jan, 1999	IAEA- CRP 9619/RO [14]	Proficiency Test	CCu-1c Conc, Cu
May, 2000	IAEA - Section of Nutritional and Health [15]	Quality Control Study NAT 7	Air Filter P and V
Jan, 2001	Institute of Nuclear Chemistry and Technology Warszawa-Poland [16]	Collaborative study.	Tea leaves, Mixed Polish herbs
Apr, 2002	IAEA-ARCAL RLA/80/31 [17]	Exercise of intercomparison laboratory	Water 110402 A Water 100402 A
May, 2002	IAEA-Swedish International Administration (NFA) T 1 [18]	Food Interlaboratory Test	Stimulated diet D Carrot purée
Jul, 2003	IAEA-AQCS [19]	Proficiency Test	Liquen PT
Oct 2003	Proyecto 11936 NFA T- 8 [20]	Proficiency Test	Powder mussel
Jan, 2004	ARCAL LXXVI [21, 22]	Intercomparación	Material hidrobiológico Agua
Mar, 2004	Proyecto 11936 NFA T- 9 [23]	Proficiency Test	Harina Graham Huevo en polvo Liquen
Dec, 2004	ARCAL LX [24]	Proficiency Test	Material botánico
Nov, 2004	Proyecto 11936 NFA T-10 [25]	Proficiency Test	Simulated diet
Set, 2005	Proyecto 11936 NFA T- 11[26]	Proficiency Test	Jugo de fruta enlatada
Set 2006	IAEA_MEL 158 Marine Environmental Laboratory [27]	Intercomparison Exercise	Sediment
Nov, 2006	CRP F.2.30.23 arqueología IAEA / AL / 168 [28]	Proficiency Test	Ancient Chinese ceramic
May, 2007	ARCAL RLA1/10 [29]	Ensayo de Aptitud	Agua y Sedimento
May, 2008	ARCAL RLA1/10 [30]	Ensayo de Aptitud	Agua y Sedimento

El 95 % de los resultados obtenidos de todos los ensayos de aptitud en donde se ha participado ha pasado el Z score como satisfactorio.

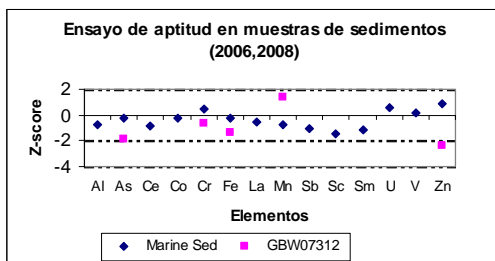


Figura 4. Resultados en la participación de ensayos de aptitud en 2 muestras de sedimento por AAN.

El gráfico nos muestra la evaluación de los resultados por medio del Z score de los diferentes elementos analizados durante los ensayos de aptitud.

Con los materiales de referencia certificados, soluciones estándar y fuentes de calibración donados por el OIEA se logró validar los métodos de ensayo [31], en muestras de biomonitores, agua, análisis radiométrico en alimentos, prueba de fuga y calibraciones para monitores [32], lo que nos permitió trabajar con eficiencia y eficacia emitiendo resultados trazables a patrones internacionales y ofrecer resultados confiables al país y a la región. Los principales beneficiarios han sido los usuarios: investigadores y la industria en general.

También los laboratorios porque cuentan con personal técnico capacitado para validar los métodos de ensayo con materiales de referencia certificados, fuentes de calibración para monitores. Asimismo, el laboratorio participa en ensayos de aptitud para demostrar su capacidad técnica y corregir errores. Del mismo modo, sus profesionales tienen una cultura de calidad y un estilo de trabajo, además son conscientes de la interpretación y entendimiento de las demandas que requiere mantener un sistema de gestión de la calidad garantizando su sostenibilidad. Igualmente, la participación de los laboratorios en estos proyectos trajo como consecuencia que se emitan resultados confiables aumentando la competitividad tanto regional como nacional. Finalmente, la institución cuenta con auditores líderes capacitados.

5. Agradecimientos

La autora como coordinadora de los proyectos en mención, agradece a todo el personal de los laboratorios participantes en

el proyecto por apoyar y colaborar para que se haya mantenido eficientemente el S.G.C. demostrando su competencia técnica. Así mismo agradece al OIEA por el soporte obtenido dentro del programa ARCAL en todo el proceso de implantación y sostenibilidad del S.G.C.

6. Bibliografía

- [1] International Standard Organization (ISO). ISO 17025. General requirements for the competence or testing and calibration laboratories. Ginebra, Suiza; 2005.
- [2] Manual de la Calidad SERA/COAM 2ª Edición 2001. [Informe interno].
- [3] Manual de la Calidad INDE/QUIM 5ª Edición 2008. [Informe interno].
- [4] De Esparza ML. Desempeño de los laboratorios en base a la aceptabilidad de los resultados. Proyecto ARCAL RLA/0211 CEPIS Lima, Perú.
- [5] Bode P. Instrumental and organizational aspects of a neutron activation analysis laboratory Delft University of Technology. 1996. P. 154-163.
- [6] Montoya E, Mendoza P, Bedregal P, Ubillus M, Torres B, Cohen M. A new method for the simultaneous determination of the f and α reactor parameters. Proceeding of the 2nd Users Workshop. Slovenia; 2000.
- [7] Montoya E, Cohen M, Mendoza P, Torres B, Bedregal P. The correction by non Ideality of Epithermal neutron spectra and the restitution of simplicity in the parametric neutron activation analysis method. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 1999; 240(2):475-479.
- [8] Mendoza P, Bedregal P, Torres B, Ubillus M. Determinación del efecto suma por coincidencia en detector HPGe de alta eficiencia relativa. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima: Perú; 2007. p. 3-5.
- [9] EURACHEM/CITAC. Guide quantifying uncertainty in analytical measurements 2nd Edition; 2000.
- [10] López E, Osorio J, González S, Martínez J. Participación en ensayos de aptitud interlaboratorios para el aseguramiento de la calidad de los resultados de análisis radiométrico de muestras ambientales y de alimentos. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe

- Científico Tecnológico 2002. Lima: Perú; 2003. p. 233-236.
- [11] IAEA. Final Report of the proficiency test for XRF laboratories. Laboratory Seibersdorf PTXRT-IAEA, May 2002.
- [12] International Standard Organization (ISO) ISO/IEC 43. Organización y aplicación de ensayos de aptitud de los laboratorios. 1ª Edición; 1984.
- [13] Cortes E, Gras N. Informe del ensayo de aptitud ARCAL XXVI RLA/4013. Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN; Junio 2000.
- [14] Natural Resources Canada. Certificate of analysis CCU-1c. Cooper Concentrate Certified Reference Material. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.nrcan-rncan.gc.ca/mms-smm/tect-tech/ccrmp/cer-cer/ccu-1c-eng.pdf> March 2007
- [15] Bleise A, Smodis B. Quality control study NAT 7 for the determination of trace and minor elements in dust artificially loaded on air filters. En: International Atomic Energy Agency. Section of Nutritional and Health-Related Environmental Studies. NAHRES-68. Viena: Austria; 2002-
- [16] Institute of Nuclear Chemistry and Technology Warszawa. Preparation and certification of the polish reference material mixed polish herbs (INCT-MPH-2) for inorganic trace analysis. Raport IchTJ. Warszawa, Poland.
- [17] Martín S, Cornejo S, Villalobos J, *et al.* Informe ejercicio de análisis químico del Centro de Estudios Nucleares Lo Aguirre. Comisión Chilena de Energía Nuclear. Santiago de Chile: Chile; 2002.
- [18] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Simulated diet D carrot purée. January 2003.
- [19] IAEA-Analytical Quality Control Service (AQCS). Proficiency Test on Trace elements in Lichen IAEA 338, IAEA-AQCS. September 2004.
- [20] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Mussel Powder August 2003.
- [21] Cortés E. Informe del ensayo de aptitud ARCAL LX-03 RLA/7/010 Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN Octubre 2004.
- [22] OIEA. Desempeño de los laboratorios en base aceptabilidad de los resultados. Proyecto ARCAL RLA/8031 y RLA/2021 Julio 2004.
- [23] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Graham flour. March 2004.
- [24] Cortés E, Gras N. Informe del ensayo de aptitud ARCAL LXXVI RLA/4/013 Comisión Chilena de Energía Nuclear CCHEN. Marzo 2005.
- [25] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Simulated diet. November 2004.
- [26] Swedish National Food Administration. IAEA-CRP Interlaboratory test for Trace Elements in Foods Canned fruit. January 2005
- [27] Campbell M. Research Scientist Marine Environmental Studies Laboratory [Carta de Abril 2007]
- [28] IAEA. CRP Project F.2.30.23 Report on the IAEA-Cu-2006-06 Proficiency Test on the Determination of Major, Minor and Trace Elements in ancient Chinese Ceramic. Seibersdorf, November 2006.
- [29] OIEA. ARCAL RLA1/10 Informe del Primer Ensayo de Aptitud regional en sedimento y agua. CCHEN, Mayo 2008.
- [30] OIEA. ARCAL RLA1/10 Informe del Segundo Ensayo de Aptitud regional en sedimento y agua. CCHEN, Mayo 2009.
- [31] Bedregal P, Torres B, Ubillus M, *et al.* Robustness in NAA evaluated by the Youden and Steiner test. Journal of Radioanalytical and Nuclear chemistry. 278(3):
- [32] Benavente T, Rojas E. Calibración dosimétrica de monitores de neutrones en protección radiológica. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2003. Lima: Perú; 2004. p. 123.

Experience of the international network in radiation protection

Eduardo Medina^{1,2,*}

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Justo Vigil 456, Lima, 17, Perú

² Red Internacional de Radioprotección

Abstract

With the aim of exchanging information on various subjects about radiation protection and designing a site where the members can send and receive information on courses, scientific activities, articles, technical opinions, commentaries and everything that promotes the communication, collaboration and integration, the 15th March 2002 the networking: "Radioproteccion" is created with 11 persons from 11 countries. The number of members had been increased. By the first month it had 117 members and by the end of the year 2002 it had already 179 members, 315 messages were send by then. By December 2007, there were 726 members from 28 countries mainly from Latin America: Argentina, Brasil, Bolivia, Chile, Colombia, Costa Rica, Cuba, Dominican Republic, Ecuador, Guatemala, Honduras, Mexico, Nicaragua, Panama, Paraguay, Peru, Uruguay and Venezuela. There were also members from Austria, Canada, France, Israel, Italy, Portugal, Spain, Sweden, United Kingdom and United States. There have been distributed 2049 messages about Congress, courses and activities on national and international radiation protection and related issues which initially were in Latin American and the Caribbean. This has allowed diverse specialists that work in different themes to interchange experiences and information about subjects of common interest. This objective is the continuation of the spreading of activities that since 1991 and for 10 consecutive years had been made through the Bulletin "Protección Radiológica", from which 65000 samples were published and distributed to specialists from 40 countries thanks to the support of the International Atomic Energy Agency (IAEA) and the Pan-American Health Organization (PAHO). This idea is complemented by the Web: www.radioproteccion.org. Interesting topics have been discussed in the network for example: Pregnancy and medical radiation, emergency response, occupational exposure, radiation protection responsibilities, lessons learned from accidental exposures, aspects of safety culture, orphan sources, diagnosis and treatment of damage radiation, Radiation Protection Day, regulations, etc. Today the network is consolidating. There is a permanent communication which is an open channel for a great exchange of experiences, papers, publications, articles, events, etc. and to help to solve technical problems.

1. Introduction

Since 1984, technical cooperation projects on radiation protection developed in Latin America and the Caribbean have allowed the increase in communication among specialists in this region; the exchange of experiences and to ameliorate the professional ties with the purpose of increasing awareness in this field. The means to exchange communication has been the Bulletin "Radiation Protection", a website and 6 years from now the network of communication by e-mail called "Radioproteccion".

2. Bulletin "Radiation Protection"

Within an ARCAL project framework (Cooperation Agreement for the Promotion of Nuclear Science and Technology in Latin America and the Caribbean) and thanks to the support of the International Atomic Energy

Agency (IAEA) and the Pan American Health Organization (PAHO) in June 1991 the first "Radiation Protection" Bulletin number was edited and 5,000 copies were printed, under the leadership of the Project Coordinator ARCAL / IAEA in Peru, in order to establish a greater communication among specialists and make the activities that were developed known especially within the region.

By June 2001 there were published 22 editions of the Bulletin with a total of 65,000 copies that were distributed to specialists and institutions from 40 countries, especially in the Latin American and Caribbean region. The subscription was free. Through this mean realization of technical events were published, new writings on the interest topics, national and international standards, the Radiation

* Correspondencia autor: medina@ipen.gob.pe

Protection Societies news and topics related to the specialty. One of the activities of the projects ARCAL/IAEA about radiation protection was the edition of this bulletin because it was "a useful mean for sharing information among specialists of the region."

3. Website

To spread the project activities ARCAL/IAEA on radiation protection in June 1998 the website: www.arcalxx.org.pe is created, which is later changed to: www.radioproteccion.org.pe. Up until its deactivation in September 2003 it had received more than 10 000 visits. Subsequently a private website: www.radioproteccion.org is created.

Initially information about Project ARCAL agreements (meetings and meetings of coordinators working techniques) and about documents generated in the project was diffused. Information about: ARCAL background, coordinators, technical events, etc. was also provided.

Nowadays it is a website that aims to show the activities of radiation protection and related items that take place in the region and the world as well as the activities of the Federation of Radiation Protection of Latin America and the Caribbean (FRALC) and its affiliated Societies, also to include technical papers, news of interest, disseminating the websites of institutions related to the topic, and so on. It is open to collaboration of interested parties.

4. Interest list from Internet

An Internet list is made up of a group of people who exchange messages on specific topics of common interest through an e-mail and in a simultaneous way. Its purpose is to get several people involved in discussions on specific issues and to achieve the distribution of information to the whole group. These people use their e-mail daily and use the list as a source of information. This people may be geographically far apart. They have an email address where the messages are sent and they are also distributed to all members. Once the messages are received, people can respond to them with opinions or suggestions (which would be sent to all members), or

respond privately to the author of the message if the answer is not relevant to other members of the list.

The list allows the exchange of ideas on various topics of common interest. Once an e-mail is send, it is sent to all subscribers.

The list allows people: to ask questions to hundreds or thousands of people simultaneously, to receive messages directly into the mailbox and to send or read them at any time, to form an opinion on the state of the profession or specialty, to have access to formal and informal information, to establish ties with professionals in the same field of interest, to enrich themselves through ideas and criticisms shared with well know colleagues, or just to enjoy an equality status among senders and receivers.

Through the list, interested parties might be aware of the activities carried out by other institutions, might also cooperate, share resources, consult any doubts and exchange experiences. It is a very dynamic communication system. Members can exchange files (text, images, software, etc.) but always trying not to saturate the mailboxes. The old messages sent to the list can be checked as well.

Through the list, bulletins or electronic publications (with a simple format) on specific topics can be received periodically. The subscription is generally free. There are lists created exclusively for to this activity in which the user can not send messages to people who integrate the list but only to the person responsible for the list.

Each list has a moderator or person in charge of its maintenance and its progress. On one hand we have the Closed List, in which the moderator decides if the incorporation of a new member should occur, after fulfilling certain requirements. However, lists can be opened, and have no restrictions for subscriber's incorporation. In this Closed List The moderator is responsible for overseeing updates and designing whether the message sent from one of participant could be sent to the entire list or not. One advantage is that users never receive messages off-topic. The drawback is that messages reach all participants out of time, because they will not

be received until they have been checked and approved by the moderator.

On the other hand, in the Open List there is no need of moderators, so everybody can be subscribed and join the debates without restrictions. The advantage is that messages are received immediately. The disadvantage is that messages received are off-topic, poor quality or incorrect.

The list allows: 1) Access to information formal and informal, 2) Share experiences of work and the possibility of finding useful answers from anywhere in the world, in a short time, 3) Establish links with new colleagues and professionals in the same field of interest, 4) Enrichment of ideas and criticisms with colleagues recognized, 5) Status of equality between senders and receivers, 6) Shipping and read messages at any time.

A list is a source of professional information invaluable, as their messages, which are also filed, providing current and new data. In addition, it will lead to strength the ties among subscribers. This list controls itself and is not subject to any temporal or spatial limitations.

It would also be considered as other advantages of this List: 1) Responsiveness to electronic information systems, 2) Low-cost infrastructure, 3) The information does not produce costs, 4) Few space requirements, 4) Easy information sharing, 5) Shortly staff for maintenance, 6) Great impact on the scientific community, 7) Timing of information.

One problem that normally occurs in lists is the low participation of its members. Typically only between 5% and 10% of the subscribers are actively involved, responding to questions submitted or giving discussion topics. There might be an excessive protagonism in one of the participants though, so the moderator should encourage the proper use of the list, avoiding any excessive intervention, letting others work actively.

It is crucial to establish certain rules among the list subscribers, such as: 1) Write as concise as possible. The messages are reflection of ourselves, 2) When answering a list, do not put the entire citation of the message you are answering, avoid the personal messages and the "one to one" dialogues,, , " respond with facts, rather than

hearing arguments, check if the response has already been answered by more people 3) avoid sending mail attachments, 4) Do not use the list to send advertising, 5) Use the subject field: a header message with a short sentence of the message content, 6) Beware of humor and sarcasm, 7) Summarize what you're replying, 8) If using comments, ideas or materials from other people, we must mention the source, 9) Consider that when something is sent to the list, the information turns public domain, 10) The sender should be identified, 11) Before sending a message to the list, review its content, avoid writing with misspellings, 12) Do not send "chain letters", which demands re-mailing copies to save cancer patients, find missing persons, alarm about viruses, etc.. 13) Never insult, among others. Remember that the main purpose is to increase knowledge and promote collaboration among its members.

5. Red "Radioproteccion"

On March 15th 2002 the list of interest: "Radioproteccion" is created with 11 people from 11 countries of Latin America with the aim of exchanging information on various topics on safety and radiation protection. This list is in a commercial server (yahoo.com).

The list has been growing significantly. The first month had 117 members and at the end of the year 2002 it had 179 members and 315 message sent. In the first 6 years, 726 members have sent 2049 messages. (Table 1).

Table 1. Number of members and messages.

<i>Year</i>	<i>Members</i>	<i>Messages</i>
2002	179	315
2003	65	359
2004	93	297
2005	64	267
2006	117	461
2007	208	350
Total	726	2049

This list has become an integrated network mostly by radiation protection specialists from 28 countries, mainly from Latin America: Argentina, Brazil, Bolivia, Chile, Colombia, Costa Rica, Cuba, Ecuador, Guatemala, Honduras, Mexico, Nicaragua, Panama, Paraguay, Peru, Uruguay and Venezuela. There are also members in: Austria, Canada, Spain, United States, France, Israel, Italy, Portugal, United Kingdom and Sweden.

The specialists subscribed work in regulatory bodies, nuclear commissions, universities and entities where ion radiation is used in the industry, medicine and scientific research.

There have been distributed 2049 messages about congress advertisements, courses, workshops and national and international activities on radiation protection and related topics through this net. Besides, technical articles and news on the specialty have been spread. In addition technical opinions and feedback have been exchanged, promoting in this way the communication and cooperation among its members.

In this network many issues have been held, for example: Pregnancy and medical radiation, emergency response, occupational exposure, radiation protection responsibilities, lessons learned from accidental exposures, aspects of safety culture, orphan sources, diagnosis and treatment of damage radiation, regulations, etc. The idea of defining a day to celebrate the radiation protection was set in the network, which is being celebrated 2 years since then every April 15th.

The network is open to all specialists in radiation protection from Latin America and other continents requiring a communication channel to enhance the exchange of experiences and issues of interest to help to solve technical problems and to keep updated. Interested parties can apply for registration by writing to the moderator: medina@radioprotección.org or by sending a blank message to: Radioproteccion-subscribe@gruposyahoo.com. Every time a member joins the net, he must introduce himself to the others stating his full name, institution where he works, country and if possible mention the topics of interest in radiation protection.

The details of this network are in: <http://espanol.groups.yahoo.com/group/Radioproteccion/>

6. Conclusion

The network "Radioproteccion" is a growing network and perhaps the only one where the messages are in Spanish however this does interfere the communications in other languages such as Portuguese and English.

It is a Collaboration-network among researchers and stakeholders interested in issues of radiation protection of national and international entities, both public and private, which thanks to the new information technology will permit the usage of this field resource in a better way.

The network has helped to solve technical problems, to enhance collaboration, to upgrade issues in radiation protection and to meet specialists who at the same time keep in touch among specific topics specialists.

The announcement of technical events has incited technical specialists from various entities to participate. It is expected to expand the network with new subscriptions of members and with a greater interaction with other networks.

7. Acknowledgements

The author wishes to thank all members of this network by the permanent participation.

8. References

- [1] Medina Gironzini E. Red Iberoamericana de Protección Radiológica. (Proc. VI Congreso Regional sobre Seguridad Radiológica y Nuclear. [CD-ROM], Lima: Perú; 2003.
- [2] Medina Gironzini E. Alternativa para una mejor comunicación en América Latina y el Caribe. Protección Radiológica en América Latina y El Caribe. Proyecto ARCAL XVII/OIEA. Vol II. Lima: Perú; 1995.
- [3] Medina Gironzini E. Integración regional a través de ARCAL". (Proc. Symposium on Globalization of Nuclear Activities). Rio de Janeiro: Brasil; 1997.
- [4] Organismo Internacional de Energía Atómica. Proyecto ARCAL XX. Informe de la Reunión Final de Coordinadores de Proyecto. Quito: Ecuador, 2000.
- [5] Merlo Vega JA, Sorli Rojo A. Las listas de distribución como herramienta profesional. Métodos de Información. 1999;6(31):53-60. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://exlibris.usal.es/merlo/escritos/pdf/mei.pdf>
- [6] REDIRIS. Servicio Correo Electrónico. Normas de estilo en el correo electrónico. [serie en Internet]. Disponible en URL: <http://www.rediris.es/mail/estilo.html>

Nuevas evidencias de la favorabilidad y potencial uranífero del Perú

Jacinto Valencia*

Dirección de Servicios, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Perú

Resumen

El potencial uranífero del Perú es abordado desde el punto de vista del dispositivo geotectónico andino y el gradiente geoquímico, teniendo en cuenta la alcalinidad de las rocas graníticas, que considera que el grado de favorabilidad en uranio en este tipo de rocas se incrementa hacia el Este del territorio y es un vector orientativo para los estudios en la exploración de uranio. Se presenta los resultados de análisis de muestras de rocas graníticas tomadas durante los trabajos de campo en los granitos de San Ramón y Corongo. Se muestra valores de uranio que en algunos casos son mayores al *background* 152 ppm de U y presentan una buena correlación entre radiactividad/tenor y uranio/torio, abriendo la expectativa de ser una roca fuente con contenidos de uranio.

1. Introducción

En el proceso de identificación de nuevas áreas de interés por uranio en el territorio peruano e incrementar el potencial uranífero del Perú, se debe iniciar considerando el dispositivo geo-tectónico andino. Así como, los parámetros de la roca fuente es decir, los cuerpos graníticos y sus equivalentes volcánicos.

En el contexto global respecto a la presencia de depósitos de uranio estos se encuentran en diferentes épocas metalogenéticas, siendo para el caso del Perú el magmatismo hercíniano (permo-trias) muy favorable, constituyendo un buen metalotecto las rocas tipo granitos de preferencia los de la cordillera oriental del Perú, que en el dispositivo geotectónico andino se ubican en "Back-Arc", citamos los granitos de San Ramón, Coasa, Querobamba y el granito de la Cordillera Blanca, (aunque este último de edad del mioceno). Estos granitos en algunas facies tienen contenido de uranio geoquímico más alto que su "background", según resultados recientes. Este elemento puede precipitar en zonas favorables en la misma roca fuente o en otro ambiente y llegar a constituir un depósito de uranio (Figura 1).

2. Objetivo

Incrementar el potencial uranífero del Perú mediante la identificación de nuevas áreas para la promoción de la inversión en minería de uranio.

3. Favorabilidad uranífera

Dentro del objetivo planteado se programó como trabajo de campo el reconocimiento radimétrico y toma de muestras de los granitos de San Ramón en Junín y Corongo en Ancash.

3.1 Granito de San Ramón

Entre las localidades de San Ramón y la Merced, aflora el denominado Granito de San Ramón, de 90 km de largo por 45 km de ancho, se emplaza en el flanco derecho del río Chanchamayo y Tulumayo, donde se han identificado varias facies intrusivas con diferentes texturas, como monzo-granito, sieno-granito, presencia minerales accesorios como circón y minerales opacos. Su edad de 239 X 106 años [1].

Los valores de radimetría de tres perfiles efectuados en el cuerpo del granito son de 350 a 1000c/s en fracturas de 1 cm y 152 ppm de U. Corresponde a un granito kaolinizado; el intrusivo es cortado por diques en diferentes direcciones y radimetría de 450 c/s. Los diagramas Rad/ U y U/Th de este granito muestran la mejor correlación.

3.2 Granito de Corongo

Ubicado en la parte norte del Batolito de la Cordillera Blanca, que tiene una extensión de 200 km de largo y 12-15 km de ancho, fue

* Correspondencia autor: jvalencia@ipen.gob.pe

observado entre las localidades de La Pampa, Tarica y Yuracmarca. Su composición mineralógica predominante es de tonalita-granodiorita de color blanco grisáceo de textura granular, grano grueso y desarrollo de foliación, originalmente se presenta de color leucocrático, adquiere diversos tonos de color rojo por efectos de alteración y oxidación de los minerales ferromagnesianos, está atravesado por diques de pórfido cuarcífero, con fracturamiento paralelo sub-vertical, que se hace más fuerte en los contactos [2]. Entre Yanac y Tarica se tiene radiactividad de 250 a 420 c/s, los valores más altos están relacionados a un mineral que tapiza las fracturas, presenta abundantes minerales accesorios. (Figura 2).

4. Consideraciones metalogenéticas

En muchas partes de los andes peruanos se observa una migración desde la costa al interior del continente de focos plutónicos diferenciados en tiempo y espacio. Así como, se sostiene un mayor espesor de la corteza continental y el incremento de elementos como K, Rb, Th, Cs y Sr, en la misma dirección. Esto se puede observar en los 9° de Lat. Sur, al norte de Lima en granitos intruidos desde la edad de 100-3 M.A [3].

En este sector de los andes; también, se produce un marcado incremento en Na, Ta, La N / Yb N y posiblemente de A/CNK, esto último está asociado a los altos niveles de deformación del margen Oeste del continente y que no está relacionado a la fuente.

El incremento en Na, Ta, Sr. Y La N/YbN es debido a una diferencia en profundidad de la fusión parcial y un componente litosférico sub-continental, que deviene más importante.

Los valores de radiometría de hasta 1000 c/s obtenidos en afloramiento y los resultados de los análisis químicos, de hasta 152 ppm de U indican un ligero enriquecimiento en

elementos radiactivos en estas rocas favorables, existiendo la expectativa de que otra parte de estos cuerpos graníticos contengan valores mayores en uranio y/o torio, tomando en consideración las variaciones de composición y facies de estos cuerpos intrusivos. Por lo que se considera que constituyen áreas de interés para efectuar estudios de mayor detalle [4].

5. Conclusiones

La variación del carácter calco-alcalino a alcalino que presenta el magmatismo de la Cordillera Oriental le confiere favorabilidad uranífera principalmente a los intrusivos de la parte más septentrional.

El magmatismo de la Cordillera Oriental se constituye en un importante metalotecto a explorar por minerales radiactivos, debido a que se tiene un mayor engrosamiento de la corteza según el dispositivo geotectónico andino, sus productos son el resultado de una mayor participación de material cortical.

6. Referencias

- [1]. Valencia Herrera J. Radimetría del granito de San Ramón y Corongo. IPEN. [Informe interno], 2008.
- [2]. León W. Monge. Carta geológica de La Merced (23 m). Boletín N. 78, INGEMMET, 1996.
- [3]. Atherton MP, Petford. Plutonism and the growth of Andean Crust at 9° S from 100 to 3 Ma, Dep. of Sciences, Univ. Liverpool L69 3BX, UK, 1999.
- [4]. Sánchez FA. Las rocas graníticas y la mineralización aurífera asociada, en la Cordillera Oriental del norte del Perú, 6° 30' - 7° 30'. Rev. Inst. investig. Fac. Minas Metal. Cienc. Geogr. 2006 Jun; 9(17):19-29.

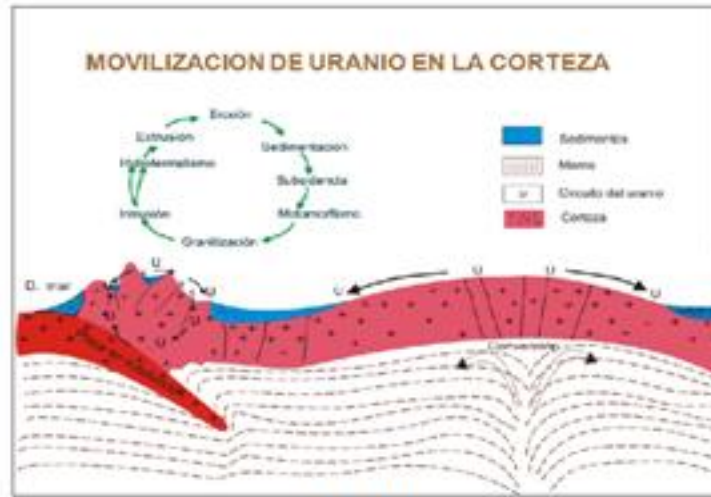


Figura 1. Celda de convección para la formación de depósitos de uranio.

Diagramas

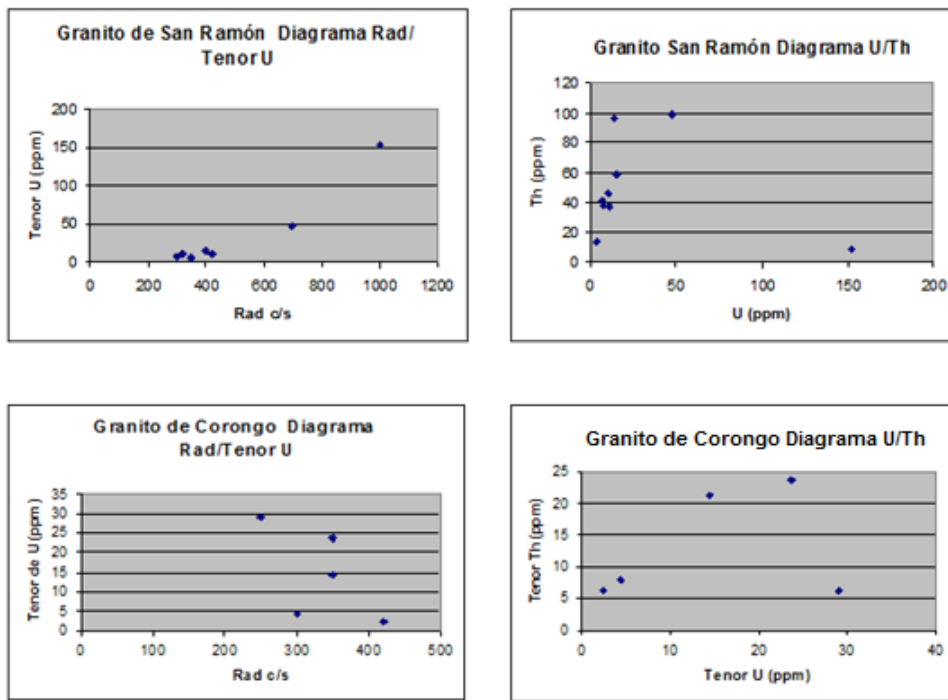


Figura 2. Relación radiactividad/tenor y uranio/torio para granitos de San Ramón y Corongo.

ANEXOS

A. Publicaciones en revistas internacionales indexadas	310
B. Publicaciones en revistas nacionales	310
C. Otras publicaciones especializadas	310
D. Presentación y disertación de trabajos en congresos, seminarios, simposios, talleres y publicación en actas	311
D.1 Internacionales	311
D.2 Nacionales	311
E. Cursos, conferencias, seminarios, talleres organizados por el IPEN	312
E.1 Cursos regulares	312
E.2 Eventos organizados por el IPEN en sus sedes institucionales	321
E.3 Disertaciones del personal en conferencias y charlas organizadas por otras instituciones	324
F. Participación en programas de entrenamiento, talleres, cursos y becas en el extranjero	325
G. Participantes nacionales en eventos organizados por IPEN-OIEA	328
H. Estancias y pasantías a investigadores extranjeros	330
I. Proyectos de investigación (Concursados)	330
J. Patentes	330
K. Proyectos financiados por el Organismo Internacional de Energía Atómica mediante el Acuerdo Regional para la Cooperación en América Latina (ARCAL)	330
K.1 Proyectos nacionales para el bienio 2007-2008	330
K.2 Proyectos ARCAL para el bienio 2007-2008	330
K.3 Proyectos regionales para el bienio 2007-2008	331
L. Misiones y visitas de expertos	331

A. Publicaciones en Revistas Internacionales Indexadas

Markus Von Meltzer, Silvia Vasquez, *et al.* **A new clade of hepatitis B virus subgenotype F1 from Peru with unusual properties.** *Virus Genes.* 2008; 37:225-230.

Bedregal P, Torres B, Ubillús M, Mendoza P, Montoya E. **Robustness in NAA evaluated by the Youden and Steiner test.** *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry.* 2008; 278:801-806.

Montoya M, J. Rojas J, Lobato I. **Neutron emission effects on final fragments mass and kinetic energy distribution from low energy fission of ^{234}U .** *Revista Mexicana de Física.* 2008 Dic; 54(6):440-445.

Willems BL, Taylor DMJ, Fritzsche J, Malfait M, Vanacken J, Moshchalkov VV, Montoya E, Van Tendeloo G. **Temperature and magnetic field dependence of the voltage in GaAs films with superconducting Ga grains.** 2008. *Eur. Phys. Journal B.* 2008; 66:25-28.

Montoya E, Bals S, Van Tendeloo G. **Redeposition and differential sputtering of La in transmission electron microscopy samples of LaAlO₃ / SrTiO₃ multilayers prepared by focused ion beam.** *Journal of Microscopy.* 2008; 231:359-363.

Ganoza CA, Ricaldi JN, Chauca J, Rojas G, Munayco C, Agapito J, Palomino JC, Guerra H. **Novel hypertonic saline-sodium hydroxide (HS-SH) method for decontamination and concentration of sputum samples for Mycobacterium tuberculosis microscopy and culture.** *J. Med. Microbiol.* 2008 Sep; 57(Pt 9):1094-98.

Castro E, Morales J. **The impact of the International Atomic Energy Agency (IAEA) program on radiation and tissue banking in Peru.** *Cell Tissue Banking.* 10:167-171.

Solari L, Acuña-Villaorduna C, Soto A, Agapito J, Perez F, Salmavides F, *et al.* **A clinical prediction rule for pulmonary tuberculosis in emergency departments.** *Int. J. Tuberc. Lung Dis.* 2008 Jun; 12(6):619-24.

Van Deun A, Chuquiyaury R, Torrea G, Agapito J, Verdonck K, Gotuzzo E. **Yield of fluorescence microscopy versus culture for tuberculosis at a middle-income country referral hospital.** *Trans. R. Soc. Trop. Med. Hyg.* 2008 Jun; 102(6):564-69.

Agapito J, Rodríguez J, Herrera-Velit P, Timoteo O, Rojas P, Boettcher PJ, García F, Espinoza JR. **Parentage testing in alpacas (Vicugna pacos) using semi-automated fluorescent multiplex PCRs with 10 microsatellite markers.** *Anim. Genet.* 2008 Apr; 39(2):201-03.

B. Publicaciones en Revistas Nacionales

Lobato Hoyos I, Rojas Tapia J. **Procesamiento automatizado de datos generados mediante dinámica molecular.** *Revista de Investigación de Física.* 2008; 11(1):43-48.

Miramira B, Zeballos E, Chui H, Valencia E, Olivera P, Huaypar Y. **Determinación cualitativa y cuantitativa de fases en sedimentos del río Chillón por difracción de rayos-x.** *Revista de Investigación de Física.* 2008; 11(1):61-65.

López A, Santiago J. **Estudio fractográfico y microcristalino de la pasta de cerámica Nasca.** *Revista de la Sociedad Química del Perú.* 2008 Ene/Mar; 74(1):20-29.

Julieta Cabrera, Alcides López, Julio Santiago. **Síntesis de nanopartículas de plata en matrices poliméricas mediante radiación gamma.** *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química.* 2008; 11(1):16-20.

Wilson Carhuapoma, Angel Ramos, Alcides López, Julio Santiago. **Fotodegradación de azul de metileno usando hidrogeles de alcohol polivinílico con nanopartículas de TiO₂.** *Revista Peruana de Química e Ingeniería Química.* 2008; 11(2):3-7.

Zanabria C, Medina R, Gilvonio LR, Munive M, Baltuano O, Solis JL. **Análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos en cementos Lima.** *Minería.* 2008 Sep; 372:34-37.

Vargas J. **Tecnología de irradiación y agroexportación.** *Revista Industrias Alimentaria.* 2008; 6:12-15.

C. Otras Publicaciones Especializadas

Juan Torres, Carlos Landuro, Justo Rojas, Chachi Rojas. **A tight-binding study of the electronic properties of copper nanoparticles: from clusters to solids.** En: libro de resúmenes del 9th International Conference on Nanostructured Materials. Rio de Janeiro: Brazil, 01-06 june 2008. p. 317.

Arturo Ramón, Edgar Ovalle, Dionisio Canaza, Alberto Salazaqr, Luis Zapata, José Félix, Rolando Arrieta, Mariano Vela. **Time delay for the initiation of an emergency shutdown at the peruvian nuclear reactor RP-10.** En: International Youth Nuclear Congress - YNC2008. Interlaken: Switzerland, 20-26 september 2008. Paper No. 24.

Montoya E, Glowacki M, Zapata J, Mendoza P. **Caracterización química de cerámicos arqueológicos mediante análisis por activación neutrónica: Un estudio sobre la producción y distribución de la cerámica del Horizonte Medio del Cuzco.** En: Congreso Iberoamericano de Química. Cuzco: Perú, 13-17 octubre 2008. p. 539.

José Osos. **Fifty years of studies on environmental radioactivity in Peru.** Poster. En: 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de Protección Radiológica (IRPA-12), Buenos Aires: Argentina, 19-24 octubre 2008.

Andrés Corahua. **Operational aspects of the radiation control in the operation of the production plant of radioisotopes during the last five years.** Poster. En: 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de Protección Radiológica (IRPA-12), Buenos Aires: Argentina, 19-24 octubre 2008.

Mario Mallaupoma. **Safe operation of a national centralized processing facility for radioactive wastes.** Poster. En: 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de Protección Radiológica (IRPA-12), Buenos Aires: Argentina, 19-24 octubre 2008.

Mario Mallaupoma. **Safety and security considerations for the transport of spent teletherapy units, operation of a national centralized processing facility for radioactive wastes.** Poster. En: 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de

Protección Radiológica (IRPA-12), Buenos Aires: Argentina, 19-24 octubre 2008.

Mario Mallaupoma. **Design and safety assessment of a storage for radioactive wastes in a nuclear research center.** Poster. En: 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de Protección Radiológica (IRPA-12), Buenos Aires: Argentina, 19-24 octubre 2008.

Susana Gonzáles, Edith López. **Troubles for the sustainability of the quality assurance in the laboratories of radiological control in Peru.** Poster. En: 12th International Congress of the International Radiation Protection Association. Buenos Aires, Argentina, 19-24 octubre 2008.

Edith López, José Osoreo, Susana Gonzáles, Jorge Martínez, Raúl Jara. **Radioactive surveillance in peruvian fishmeal.** Poster. En: 12th International Congress of the International Radiation Protection Association. Buenos Aires, Argentina, 19-24 octubre 2008.

Edith López, Susana Gonzáles, Luis Zapata. **Enhancement of the radiological protection in the nuclear medicine centres in Peru.** Poster. En: 12th International Congress of the International Radiation Protection Association. Buenos Aires, Argentina, 19-24 octubre 2008.

Antonio Prado, Anita Robles, José Solís, José Osoreo, Ingrid Petzoldt, Eduardo Cunya, Marco Linares, Carlos Linares. (Eds.). **Informe Científico Tecnológico 2007.** Instituto Peruano de Energía Nuclear. Lima: Perú, 2008. (ISSN 1684-1662).

D. Presentación y Disertación de Trabajos en Congresos, Seminarios, Simposios, Talleres y Publicación en Actas

D.1 Internacionales

Juan Rodríguez. **V Congreso Iberoamericano de Física y Química Ambiental.** Mar del Plata, Argentina. 14-18 abril 2008.

Julio Santiago. **Extracto hidroalcohólico de Croton lechleri (Sangre de grado) inmovilizado en una matriz polimérica y su aplicación en el tratamiento de quemaduras y cortes.** Congreso Iberoamericano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Julio Santiago. **Efecto del isopropanol en la síntesis de nanopartículas de plata mediante radiación gamma.** Congreso Iberoamericano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Eduardo Montoya. **Caracterización química de cerámicos arqueológicos mediante análisis por activación neutrónica: un estudio sobre la producción y distribución de la cerámica del Horizonte Medio del Cuzco, Perú.** Congreso Iberoamericano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Gino Picaso, Rosario Sun Kuo, Gemma Gómez, Leenin Flores, Ivonne Salazar, Juan Montes de Oca, Alcides López, María Pilar Pina, Javier Herguido, Luis Gandía, Gurutza Arzamendi. **Preparación de naocatalizadores basados en óxidos de Fe y Mn para la combustión catalítica de n-hexano.** Congreso Iberoamericano de Química. XXIV Congreso Peruano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Paula Olivera. **Técnicas químicas sencillas para determinar áreas de actividad en un sitio arqueológico.** Congreso Iberoamericano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Paula Olivera. **Diferencias entre los cerámicos antiguos y actuales mediante el análisis de sus pigmentos por fluorescencia de Rayos X.** Congreso Iberoamericano de Química. Cusco, Perú, 13-17 octubre 2008.

Mario Mallaupoma. **The denial of shipments of radioactive material: a worldwide social problem.** 12th International Congress of the International Radiation Protection Association. Buenos Aires, Argentina, 19-24 octubre 2008.

Justo Rojas, Iván Lobato. **Transformaciones estructurales en las nanopartículas de plata durante el enfriamiento ultrarrápido.** Materiales del IV Congreso Internacional de Metalurgia de Transformación. Lima, Perú, 2-6 diciembre 2008.

D.2 Nacionales

Marco Linares. **Introducción a las radiaciones, radiactividad y dispositivos de detección.** IV Congreso Científico Nacional de Técnicos y Auxiliares de Laboratorio. Bioseguridad y Salud Ocupacional. Lima, Perú, 22 mayo 2008.

Marco Linares. **Preservación de alimentos y esterilización de productos médicos por radiación gamma.** IV Congreso Científico Nacional de Técnicos y Auxiliares de Laboratorio. Bioseguridad y Salud Ocupacional. Lima, Perú, 22 mayo 2008.

Hugo Cabrera, Justo Rojas. **Estudio mediante dinámica molecular de las energías y estructuras de las nanopartículas de Al, Ni y Fe.** XVII Simposio Peruano de Física. Lima, Perú, 10-16 agosto 2008.

Johnny Vargas. **Uso de la irradiación para mejorar la calidad de la harina de yuca.** Encuentro Científico Internacional de Invierno ECI 2008i. Lima, Perú, 31 julio 2008.

Marco Munive. **Aplicaciones médicas e industriales del análisis de activación neutrónica por gammas inmediatos.** XVII Simposio Peruano de Física. Lima, Perú, 10-16 agosto 2008.

Marco Munive. **Aplicación del análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos en Cementos Lima.** VII Congreso Nacional de Minería. Trujillo, Perú, 26-29 agosto 2008.

Johnny Vargas. **Aplicaciones de la tecnología de irradiación en el mejoramiento genético y lucha contra las plagas.** I Simposio Internacional Investigación hacia un Desarrollo Sustentable. Lima, Perú, 16-17 setiembre 2008.

Johnny Vargas. **Efecto de la radiación gamma sobre las características fisicoquímicas, sensoriales y microbiológicas en pprika en polvo.** VII Congreso Nacional de Industrias Alimentarias. Universidad Nacional Agraria la Molina. Lima, Perú, 24-29 noviembre 2008.

Marco Linares. **Aplicación de la tecnología de irradiación en la industria Alimentaria. Nuevos avances.** VII Congreso Nacional de Industrias Alimentarias. Universidad Nacional Agraria la Molina. Lima, Perú, 24-29 noviembre 2008.

E. Cursos, Seminarios y Talleres Organizados por el IPEN

E.1 Cursos regulares

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 5.01.2008

Docente : M. Ticllacuri

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 8.01.2008

Docente : B. García

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (perfilaje de pozos petroleros)

Fecha : 8-10.01.2008

Docente : M. Ticllacuri

Curso de protección física de instalaciones radiactivas relevantes

Fecha : 10-11.01.2008

Docentes: R. Ramírez, E. Medina F., J. Aguirre

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 7-11.01.2008

Docentes: G. Lázaro, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 7-12.01.2008

Docentes: G. Lázaro, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 12.01.2008

Docente : M. Ticllacuri

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 12-13.01.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso básico de física nuclear para docentes

Fecha : 14-18.01.2008

Docentes: M. Munive, E. Medina F., E. Veramendi, J. Avila, M. Espinoza, R. Arrieta

Curso de protección física de instalaciones radiactivas relevantes

Fecha : 17-18.01.2008

Docentes: M. Munive, E. Medina F., R. Córdova, J. Aguirre

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 12,19.01.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 14-19.01.2008

Docentes: M. Munive, L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 19.01.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 21-24.01.2008

Docentes: M. Ticllacuri, E. Medina F.

Curso básico de radioquímica para docentes

Fecha : 21-25.01.2008

Docentes: P. Olivera, E. Medina F., A. Robles, J. Félix

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 26.01.2008

Docente : R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 26.01.2008

Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x (no médico)

Fecha : 28-30.01.2008

Docentes: M. Munive, E. Medina F.

Curso básico de energía nuclear para periodistas

Fecha : 31.01.2008

Docentes: M. Munive, J. Ávila, A. Robles, C. Sebastián

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear (Mantenimiento)

Fecha : 28.01-02.02.2008

Docentes: M. Munive, L. Defilippi, M. Velásquez, R. Visurraga

Curso de transporte seguro de material radiactivo (Mercancías peligrosas clase 7)

Fecha : 2.02.2008

Docente : G. Rodríguez

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 2.02.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 2.02.2008

Docente : G. Maghella

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 2-3.02.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no-médico (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 6.02.2008

Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 2,9.02.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 4-9.02.2008

Docentes: G. Lázaro, R. Visurraga

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 9.02.2008

Docente : L. Defilippi

Curso básico de radiobiología para docentes

Fecha : 11-15.02.2008

Docentes: M. Munive, J. Osore, E. Medina F., R. Arrieta, C. Valle

Curso básico de energía nuclear para la Policía Nacional del Perú

Fecha : 12-15.02.2008

Docente: M. Munive, M. Mallaupoma, E. Medina F.

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 11-16.02.2008

Docentes: M. Munive, R. Visurraga

Curso actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 16.02.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 18-19.02.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 19.02.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de transporte seguro de material radiactivo

Fecha : 20.02.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de fuentes radiactivas

Fecha : 18-21.02.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 23.02.2008
 Docente : M. Munive

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 23.02.2008
 Docente : 5.02.2008

Curso de seguridad radiológica en el uso de rayos x no médico (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 23.02.2008
 Docente : J. Condori

Curso a distancia de radioprotección

Fecha : 23.02.2008
 Docente : Paul Didier

Curso a distancia de detectores de radiaciones ionizantes

Fecha : 26.02.2008
 Docente : Libor Makovicka

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 25-28.02.2008
 Docentes: M. Munive, E. Medina F.

Curso de preservación de alimentos por irradiación gamma

Fecha : 25-28.02.2008
 Docentes: M. Linares, M. Munive

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 25.02-1.03.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de protección radiológica en el uso de fuentes radiactivas en investigación y enseñanza

Fecha : 25.02-1.03.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 1.03.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 1.03.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 1.03.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 3-5.03.2008
 Docentes: G. Lázaro, E. Medina F.

Curso de Ensayos No Destructivos (Básico)

Fecha : 3-7.03.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de protección radiológica en el uso de fuentes radiactivas en investigación y enseñanza

Fecha : 3-7.03.2008
 Docentes: M. Mallaupoma, R. Visurraga

Curso de protección física de instalaciones radiactivas relevantes

Fecha : 6-7.03.2008
 Docentes: G. Lázaro, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 8.03.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 8.03.2008
 Docente : M. Munive

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 8.03.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 10-13.03.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 10-14.03.2008
 Docentes: J. Condori, E. Medina F.

Curso de aplicaciones nucleares (Básico)

Fecha : 10-14.03.2008
 Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 14.03.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 6,8,10,15.03.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 10-15.03.2008
 Docentes: M. Ticllacuri, G. Maghella, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 15.03.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Perfilaje de Pozos Petroleros)

Fecha : 15.03.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Perfilaje de pozos petroleros)

Fecha : 22.03.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso sobre primera respuesta a incidentes con materiales radiactivos

Fecha : 24-26.03.2008

Docente : M. Mallaupoma, E. Medina F., L. Zapata, C. Vizcardo

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 26-27.03.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 26-27.03.2008

Docente : J. Condori

Curso de inspección de soldadura. Modulo 1: Metalurgia de la soldadura

Fecha : 24-28.03.2008

Docente : V. Falconi

Curso de actualización en protección radiológica para personal de operación y mantenimiento de la planta de producción de radioisótopos

Fecha : 27-28.03.2008

Docentes: M. Espinoza, A. Corahua, M. Munive

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 24-29.03.2008

Docentes: M. Ticllacuri, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 29.03.2008

Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 31.03-3.04.2008

Docentes: G. Lázaro, E. Medina F.

Taller nacional sobre repuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 2-4.04.2008

Docentes: L. Conti, M. César, L. Aggeu

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 4.04.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (densímetros)

Fecha : 4.04.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 5.04.2008

Docente : B. García

Curso de actualización en seguridad radiológica para personal de operación y mantenimiento de la Planta de Producción de Radioisótopos

Fecha : 8.04.2008

Docente : A. Corahua

Curso de líquidos penetrantes: Nivel II

Fecha : 7-11.04.2008

Docentes: F. Calderón, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 7-12.04.2008

Docentes: M. Mallaupoma, M. Velásquez, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 7-12.04.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 7-12.04.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 12-13.04.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 14-16.04.2008

Docentes: J. Condori, E. Medina F.

Taller nacional sobre arreglos para la detección, interdicción y respuesta a actos criminales y no autorizados que involucran material nuclear

Fecha : 14-18.04.2008

Docentes: L. Conti, M. Cesar, Raúl, E. Medina F., R. Ramírez

Curso de hidrología isotópica

Fecha : 14-18.04.2008

Docente : R. Rojas

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 12,19.04.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 14-19.04.2008

Docentes: M. Munive, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 17-19.04.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 17-19.04.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 19.04.2008

Docente : M. Munive

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 19.04.2008

Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de fuentes radiactivas abiertas (RIA)

Fecha : 19.04.2008

Docente : M. Velásquez

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 18-20.04

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 18-20.04

Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 18-20.04

Docente : M. Mallaupoma

Ejercicio de campo: Actos criminales en locales involucrando material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 21-24.04.2008

Docentes: L. Conti, M. Cesar, Raúl, E. Medina F., R. Ramírez

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 26.04.2008

Docente : M. Munive

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 26.04.2008

Docente : R. Visurraga

Seminario sobre seguridad radiológica en perfilaje de pozos petroleros

Fecha : 26.04.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 26.04.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 24-27.04.2008

Docente : B. García

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Perfilaje de pozos petroleros)

Fecha : 26-27.04.2008

Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en el uso de fuentes radiactivas en investigación y enseñanza

Fecha : 26-27.04.2008

Docentes: G. Lázaro, M. Mallaupoma

Curso de inspección de soldadura modulo 2: Procesos de soldadura y simbolización

Fecha : 21,22,23,24,25,29.04.2008

Docentes: J. Quispe, R. Visurraga

Curso de respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 28-30.04.2008

Docentes: R. Ramírez, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x (no médicos)

Fecha : 28-30.04.2008

Docentes: J. Condori, E. Medina F.

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 30.04.2008

Docente : B. García

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 3.05.2008

Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en el uso de fuentes radiactivas en investigación y enseñanza

Fecha : 3-4.05.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección física de instalaciones radiactivas relevantes

Fecha : 6.05.2008

Docentes: E. Medina F., G. Lázaro, R. Córdova

Curso de respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 5-8.05.2008

Docente : E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el mantenimiento de equipos de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 5-7.05.2008

Docentes: M. Munive, E. Medina F.

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Control de equipajes)

Fecha : 8.05.2008

Docente : J. Condori

Curso de análisis por fluorescencia de rayos x

Fecha : 5-9.05.2008

Docente : P. Olivera

Curso de seguridad radiológica en el mantenimiento de equipos de rayos x no médicos

Fecha : 10.05.2008

Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 10.05.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia de rx)

Fecha : 10.05.2008

Docente : J. Condori

Curso de partículas magnéticas: Nivel II

Fecha : 5,6,7,8,12.05.2008

Docente : H. Villacorta

Curso de seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 5-13.05.2008

Docente : B. García

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 14-15.05

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 14-15.05

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 17.05.2008

Docente : E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 17.05.2008

Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 15-18.05.2008

Docente : B. García

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 16-18.05.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 16-18.05.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 16-18.05.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 12,13,14,19,20 ,21.05.2008
 Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 22.05.2008
 Docentes: E. Medina F., J. Villanueva

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 21-22.05.2008
 Docente : M. Munive

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 21-22.05.2008
 Docente : M. Munive

Curso de seguridad radiológica en el uso de fuentes radiactivas en investigación y enseñanza

Fecha : 19-23.05.2008
 Docente : J. Condori

Actualización en seguridad radiológica para operación de irradiadores Tipo I

Fecha : 23.05.2008
 Docente : J. Condori

Actualización en seguridad radiológica para manipulación de fuentes radiactivas en hidrología isotópica

Fecha : 23.05.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 24.05.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 24-25.05.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de inspección de soldadura. Módulo 3: defectología, Ensayos No Destructivos

Fecha : 26-30.05.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 26-31.05.
 Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 29-31.05.2008
 Docente : M. Velásquez

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 30-31.05.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 30-31.05.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 31.05.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 2-5.06.2008
 Docentes: G. Maghella, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 5.06.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 6.06.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 7.06.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 7.06.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 7.06.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 7.06.2008
 Docente : M. Munive

Curso de transporte seguro de materiales radiactivos

Fecha : 7.06.2008
 Docentes: E. Medina F., A. Aguirre

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 7-8.06.2008
 Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 7,14.06.2008
 Docente : L. Defilippi, G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 9-14.06.2008
 Docentes: M. Munive, L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medicina Nuclear

Fecha : 14.06.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de radiografía industrial: Nivel I

Fecha : 2-17.06.2008
 Docentes: R. Visurraga, G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 16-21.06.2008
 Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 21.06.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 21.06.2008
 Docente : B. García

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 21.06.2008

Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 21-22.06.2008

Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 21-22.06.2008

Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x (no médicos)

Fecha : 23-25.06.2008

Docentes: M. Munive, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 24-25.06.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 25-26.06.2008

Docente : J. Condori

Curso de inspección de soldadura Módulo 4: Ensayos destructivos, calificación de soldadores

Fecha : 23-27.06.2008

Docente : V. Falconí

Curso básico de seguridad radiológica en perfilaje de pozos petroleros

Fecha : 27.06.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de reforzamiento de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 28.05.2008

Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 28.06.2008

Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 30.06-5.07.2008

Docentes: G. Lázaro, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 4.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 4.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 5.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 5.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 6.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 6.07.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 5-6.07.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 8,10,11.07.2008

Docentes: C. Ampuero, R. Ramírez, E. Medina F., A.

Zapata, R. Visurraga

Seminario sobre nuevas tecnologías en instrumentación nuclear

Fecha : 10-11.07.2008

Docente : M. Soares

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 5,12.07.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 7-12.07.2008

Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica para operadores de irradiadores gamma

Fecha : 12.07.2008

Docente : G. Lázaro

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 12.07.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de fuentes radiactivas

Fecha : 14-17.07.2008

Docente : J. Condori, R. Visurraga

Curso de respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 17.07.2008

Docentes: E. Medina F., C. Ampuero

Curso de radiografía industrial: Nivel II

Fecha : 7-18.07.2008

Docente : R. Visurraga

Curso de partículas magnéticas: Nivel I

Fecha : 14-18.07.2008

Docente : H. Villacorta

Curso de reforzamiento de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 18.07.2008

Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 19.07.2008

Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 19.07.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 19.07.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x (No médicos)

Fecha : 21-22.07.2008
 Docente : M. Munive

Curso de reforzamiento de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 25.07.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de inspección de soldadura módulo 5: códigos, normas, especificaciones, inspección, uniones soldadas, estudios de casos

Fecha : 22-30.07.2008
 Docentes: J. Torres, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 2.08.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 4.08.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 4-7.08.2008
 Docentes: G. Lázaro, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 5-9.08.2008
 Docente : L. Defilippi, M. Munive, R. Visurraga

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 9.08.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 9.08.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros fijos)

Fecha : 9.08.2008
 Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros fijos)

Fecha : 10.08.2008
 Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 9-10.08.2008
 Docente : G. Maghella, R. Visurraga

Taller de sostenibilidad sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 11.08.2008
 Docente s: R. Ramírez, C. Ampuero, A. Urcia, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 13-14.08.2008
 Docente : A. Aguirre

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 13-14.08.2008
 Docente : A. Aguirre

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 15.08.2008
 Docente : A. Aguirre

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 14-15.08.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 9,16.08.2008
 Docentes: G. Maghella, J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 16.08.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 16.08.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 11-16.08.2008
 Docentes: J. Condori, L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 21.08.2008
 Docentes: E. Medina F., M. Mallaupoma

Curso de ultrasonido: Nivel I

Fecha : 4-22.08.2008
 Docentes: H. Villacorta, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de fuentes radiactivas

Fecha : 18-22.08.2008
 Docentes: J. Condori, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 22.08.2008
 Docente : E. Medina F., M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 23.08.2008
 Docentes: E. Medina F., M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 23.08.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 23.08.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 23.08.2008
 Docente : G. Maghella

Curso economía de la energía con OLADE (Virtual)

Fecha : 11-26.08.2008

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x (No médicos)

Fecha : 25-27.08.2008

Docentes: G. Lázaro, E. Medina F.

Curso de interpretación de radiografías

Fecha : 25-29.08.2008

Docente : R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 29.08.2008

Docente : J. Condori

Taller: revisión de plan y procedimientos de respuesta a eventos de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Fecha : 4.09.2008

Docentes: E. Medina F., R. Ramírez, C. Ampuero

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 3-5.09.2008

Docente : J. Condori, E. Medina F.

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 6.09.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 6.09.2008

Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 6-7.09.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de protección física de instalaciones radiactivas relevantes

Fecha : 5,8.09.2008

Docentes: G. Lázaro, E. Medina F., F. Figueroa

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 8-10.09.2008

Docente : M. Munive

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 8-10.09.2008

Docente : 20 M. Munive

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 6,13.09.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 8-13.09.2008

Docentes : J. Condori, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 13.09.2008

Docente : J. Condori

Curso de ultrasonido: Nivel II

Fecha : 1-17.09.2008

Docente : F. Calderón

Curso de seguridad radiológica en el uso de perfilaje de pozos petroleros

Fecha : 18.09.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso Taller: Análisis estadístico multivariado aplicado a la arqueometría

Fecha : 15-19.09.2008

Docente : A. Bellido

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 15-20.09.2008

Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 20.09.2008

Docente : R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 22-25.09.2008

Docente : G. Maghella

Curso de evaluación de fallas en soldadura utilizando mecánica de la fractura

Fecha : 22-26.09.2008

Docente : V. Falconi

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 26-27.09.2008

Docente : J. Condori

Curso de seguridad radiológica en el uso de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 27.09.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 27.09.2008

Docente : G. Maghella

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas

Fecha : 29.09-3.10.2008

Docentes: J. Condori, E. Medina F.

Curso sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares

Fecha : 6-7.10.2008

Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 11.10.2008

Docente : L. Defilippi

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 11.10.2008

Docente : R. Visurraga

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 11.10.2008

Docente : G. Maghella

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 11-12.10.2008

Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 14.10.2008

Docente : B. García

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos

Fecha : 13-16.10.2008

Docente : G. Lázaro

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 11,18.10.2008
 Docentes: G. Maghella, J. Condori, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares

Fecha : 18.10.2008
 Docente : A. Aguirre

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 18.10.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 18.10.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médico (Fluorescencia y difracción de rayos x)

Fecha : 18.10.2008
 Docente : M. Ticllacuri

Curso de inspección visual

Fecha : 13-20.10.2008
 Docente : F. Calderón

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 20.10.2008
 Docente : J. Condori

Curso de ultrasonido: Nivel I

Fecha : 29.09-21.10.2008
 Docente : F. Calderón

Taller sobre detección, interceptación y respuesta a alarmas que involucran material nuclear y radiactivo

Fecha : 24.10.2008
 Docentes: R. Ramírez, Y. Ravello, E. Medina F.

Curso vigilancia de riesgo ocupacional por uso de fuentes de radiaciones ionizantes

Fecha : 18,25.10.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 20-25.10.2008
 Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 25.10.2008
 Docente : G. Maghella

Curso virtual sobre diseño, implementación y gestión de microcentrales hidroeléctricas

Fecha : 6- 29.10.2008 (Video conferencia)

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 29.10.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Taller sobre manejo y verificación de los detectores personales de radiación y dispositivos de identificación de radionucleídos

Fecha : 30.10.2008
 Docentes: E. Medina F., R. Bruna

Curso de metalurgia, tratamientos térmicos, tecnología de materiales para no metalurgistas

Fecha : 27-31.10.2008
 Docente : F. Calderón

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 7-8.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 7-8.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 8.11.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 8-9.11.2008
 Docentes: G. Maghella, R. Visurraga

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 10.11.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 10-13.11.2008
 Docentes: M. Ticllacuri, E. Medina F.

Taller sobre manejo y verificación de los detectores personales de radiación y dispositivos de identificación de radionucleídos

Fecha : 13.11.2008
 Docentes: R. Ramírez, E. Medina F.

Curso de seguridad radiológica en medicina nuclear

Fecha : 10-14.11.2008
 Docente : M. Ticllacuri, L. Defilippi

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 8,15.11.2008
 Docentes: G. Maghella, L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 14-15.11.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 14-15.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre protección radiológica en medicina nuclear

Fecha : 15.11.2008
 Docente : J. Martí Climent, G. Lázaro

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 15.11.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 15.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 15.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 15-16.11.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 15-16.11.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de física de medicina nuclear I

Fecha : 17-21.11.2008
 Docente : J. Martí Climent

Curso de seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 17-22.11.2008
 Docentes: J. Condori, R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 21-22.11.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 21-22.11.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 21-22.11.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 21-22.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 21-22.11.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 22.11.2008
 Docente : R. Visurraga

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 24-29.11.2008
 Docentes: L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 30.11.2008
 Docente : M. Mallaupoma

Curso de seguridad radiológica en el uso de equipos de rayos x no médicos (Fluorescencia de rayos x)

Fecha : 1-3.12.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Perfilaje de pozos petroleros)

Fecha : 1-4.12.2008
 Docentes: J. Condori, E. Medina F.

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiología dental

Fecha : 6.12.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de protección radiológica en radiología dental

Fecha : 6.12.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 12.12.2008
 Docente : B. García

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radioterapia

Fecha : 13.12.2008
 Docente : B. García

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en la operación de irradiadores

Fecha : 13.12.2008
 Docente : G. Lázaro

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en el uso de medidores nucleares (Densímetros)

Fecha : 13.12.2008
 Docente : G. Maghella

Curso de actualización sobre protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 13.12.2008
 Docente : L. Defilippi

Curso de protección radiológica en radiodiagnóstico médico

Fecha : 12-14.12.2008
 Docente : J. Condori

Curso de actualización sobre seguridad radiológica en radiografía y gammagrafía industrial

Fecha : 17.12.2008
 Docente : R. Visurraga

E.2 Eventos organizados por el IPEN en sus sedes institucionales

Expositor: Gerardo Lázaro Moreyra

Tema : **Conversatorio sobre el accidente de Chernobil**

Fecha : 18.01.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Eduardo Montoya Rossi

Tema : **Usos y perspectivas de la microscopia de haz de iones focalizados en nanotecnología**

Fecha : 24.01.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Sara Tapia

Tema : **I ciclo de charlas motivacionales: Trabajo en equipo**

Fecha : 29.01.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Gerard Guillen Alfaro

Tema : **I ciclo de charlas motivacionales: Estrés laboral**

Fecha : 30.01.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Juan Luis Altamirano

Tema : **I ciclo de charlas motivacionales: Estrés laboral**

Fecha : 30.01.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Ever Cifuentes Noreña

Tema : **El SCILAB un software libre alternativo al Matlab**

Fecha : 07.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Mario Mallaupoma

Tema : **Transporte de mercancías radiactivas por vía aérea**

Fecha : 08.02.2008

Lugar : APACIT

Expositor: Jorge Condori Ccari

Tema : **Procesamiento metalúrgico del uranio**

Fecha : 14.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Cristina Quispe Chávez

Tema : **Tratamiento de aguas residuales por procesos de oxidación avanzada (POA): Aplicaciones medioambientales**

Fecha : 21.02.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Cristina Quispe Chávez

Tema : **Tratamiento de aguas residuales por procesos de oxidación avanzada (POA): Aplicaciones medioambientales**

Fecha : 28.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Guilma Romero, Alberto Montano, Renán

Ramírez, Jacinto Valencia

Tema : **Proyecto de ley del uranio presentado por IPEN al Ministerio de Energía y Minas**

Fecha : 28.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Didier Paul, Libor Makovicka

Tema : **Radiofísica y dosimetría**

Fecha : 29.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: María Velásquez, Edgard Medina

Tema : **Objetivos y metodología del programa de entrenamiento a distancia para Tecnólogos en Medicina Nuclear**

Fecha : 29.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Sandra Guzmán, Edgard Medina, Didier Paul, Libor Makovicka

Tema : **Mesa Redonda: Investigaciones en física médica**

Fecha : 29.02.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Juan Ávila, Alberto Montano

Tema : **Ley de promoción de generación de electricidad de origen nuclear**

Fecha : 05.03.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Alberto Gallardo

Tema : **Uso de las utilidades avanzadas de códigos de cálculo neutrónico**

Fecha : 06.03.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Régulo Visurraga

Tema : **Principios y aplicaciones principales de los ensayos no destructivos**

Fecha : 14.03.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **La seguridad física nuclear**

Fecha : 26.03.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Régulo Visurraga

Tema : **Seguridad radiológica operacional durante los trabajos de campo en gammagrafía industrial**

Fecha : 29.03.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Luis Conti (Brasil)

Tema : **El Instituto de Radioprotección y Dosimetría (IRD), CNEN, Brasil y la metrología de las radiaciones ionizantes en Brasil**

Fecha : 03.04.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Jean - Louis Pinault

Tema : **Applications of the prompt gamma neutron**

Fecha : 05.04.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Luiz Conti

Tema : **Protección radiológica en radioterapia**

Fecha : 15.04.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Sociedad Peruana de Radioprotección

Tema : **Protección radiológica, control de calidad y reducción de dosis en radiodiagnóstico**

Fecha : 15.04.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Galo Garces Lama

Tema : **II Ciclo de charlas motivacionales: Valores**

Fecha : 16.04.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Jean Louis Pinault

Tema : **Applications of the prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA)**

Fecha : 17.04.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Marco Linares

Tema : **Principios básicos de las radiaciones, radiactividad y detectores de radiación**

Fecha : 22.05.2008

Lugar : Instituto Nacional de Salud

Expositor: Marco Linares

Tema : **Preservación de alimentos y esterilización de productos médicos por irradiación gamma**

Fecha : 22.05.2008

Lugar : Instituto Nacional de Salud

Expositor: Rubemar de Souza Ferreira (Brasil)

Tema : **Accidente de Goiania, sus implicancias radiológicas y sociales**

Fecha : 29.05.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Alberto Gallardo Padilla

Tema : **Aplicaciones de los reactores nucleares**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: César Díaz Claudio

Tema : **Seguimiento hacia una agenda concertada en salud y medio ambiente**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Juan Ávila

Tema : **La energía nuclear y el medio ambiente**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Mario Mallaupoma

Tema : **Gestión de residuos radiactivos de uso médico**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Juan Narciso Chávez

Tema : **Vigilancia y control de la salud ambiental en la población de Lima Metropolitana y El Callao**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Daniel Neyra Escalante

Tema : **Agenda sanitaria y ambiental del cono Este de Lima Metropolitana**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Milagros Ramírez Villagran, Daniel Neyra Escalante, Edgard Medina Flores
 Tema : **Mesa redonda: Perspectivas y avances de la gestión Ambiental Municipal en el cono Este de Lima Metropolitana**

Fecha : 05.06.2008

Lugar : Dirección General de Salud IV Lima Este

Expositor: Mariano Vela Mora

Tema : **Experiencias de medición del quemado de los elementos combustible en el reactor RP-10**

Fecha : 12.06.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Blanca Torres

Tema : **Principios del sistema de gestión de la calidad**

Fecha : 18.06.2008

Lugar : Auditorio del Centro RACSO

Expositor: José Castro Palomino

Tema : **El proceso de cálculo neutrónico y el historial de núcleos del reactor RP-10**

Fecha : 19.06.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Iván Llamas

Tema : **RP-0 primer reactor nuclear del Perú**

Fecha : 17.07.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Blanca Torres

Tema : **Introducción a la NTP ISO 9001- 2001**

Fecha : 20.08.2008

Lugar : Auditorio del Centro RACSO

Expositor: Johnny Vargas

Tema : **Energía nuclear: Una buena alternativa en la seguridad en la seguridad alimentaría y lucha contra las plagas**

Fecha : 16.10.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Sandra Guzmán

Tema : **Importancia de la planificación en radioterapia para el tratamiento del cáncer**

Fecha : 23.10.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Rodolfo Touzet

Tema : **Actualidad en protección radiológica**

Fecha : 27.11.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Mariano Vela

Tema : **Reactores nucleares**

Fecha : 28.06.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Patricia Bedregal, Eduardo Cuya

Tema : **Químicas nuclear y radioquímica**

Fecha : 08.07.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Joao Conte (Brasil)

Tema : **ABENDE, los ensayos no destructivos y la certificación de personal de Brasil**

Fecha : 23.07.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **Seguridad radiológica operacional en medidores nucleares**

Fecha : 07.08.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Michael Strosinski (India National Lab.)

Tema : **Seguridad física en instalaciones nucleares: Barreras físicas de contención**

Fecha : 08.08.2008

Lugar : Auditorio Centro Nuclear RACSO

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **Protección radiológica operacional en medidores nucleares portátiles**

Fecha : 05.08.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Franco Calderón

Tema : **Evaluación de estructuras soldadas de puentes**

Fecha : 05.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Regulo Visurraga

Tema : **Protección radiológica operacional en radiografía y gammagrafía industrial**

Fecha : 13.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **Aplicaciones de los reactores nucleares**

Fecha : 17.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Felipe Rincón

Tema : **Sistemas de adquisición de datos distribuidos**

Fecha : 19.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **Protección radiológica operacional en el uso de medidores nucleares**

Fecha : 25.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Mario Mallaupoma

Tema : **Detectores de radiación**

Fecha : 29.09.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Peter Bode

Tema : **Quality system yes or no**

Fecha : 03.10.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: César Vizcardo

Tema : **Efectos biológicos de la radiación ionizantes**

Fecha : 14.10.08

Lugar : Sociedad de Ginecología y Obstetricia

Expositor: Jean Pierre Galaup

Tema : **Acelerador lineal y láser por electrones libres y acelerador sincrotrón y aplicaciones**

Fecha : 15.10.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Marcos Feijoo

Tema : **Post planificación en radioterapia**

Fecha : 29.10.2008

Lugar : Video conferencia

Expositor: Edgard Medina Flores

Tema : **Protección radiológica operacional en el uso de medidores nucleares**

Fecha : 13.11.2008

Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Santiago Regalado, Edgard Medina Flores

Tema : **El control de calidad de rayos-X diagnóstico y las evaluaciones radiológicas en establecimientos de salud de la DISA IV**
 Fecha : 26.11.2008
 Lugar : DIGESA

Expositor: Edgard Medina Flores
 Tema : **Protección radiológica operacional en el uso de medidores nucleares**
 Fecha : 04.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: ABENDE
 Tema : **Entrenamiento calificación y certificación de personal en END ISO-9712**
 Fecha : 05.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: ABENDE
 Tema : **Entrenamiento calificación y certificación de personal en END ISO-9712**
 Fecha : 05.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: León & Russo Ingenieros
 Tema : **Geophysical Survey System (GSSI)**
 Fecha : 05.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Qualitest International Service SAC
 Tema : **Calificación de procedimiento de soldadura y soldadores según AWS D.1.1, API 1104 y ASME IX**
 Fecha : 05.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Ulises Huamán (ENDECOT)
 Tema : **Certificación de productos. Certificación de conformidad de un tanque**
 Fecha : 05.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Enrique Lazo Huaylas (Astilleros TASA)
 Tema : **Inspección visual para la detección de discontinuidades en calderería y soldadura**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Walter Goicochea (ADEMINSAC)
 Tema : **Aplicaciones técnicas emergentes basadas en MFL (Magnetic Flux Leakage) para detección de fallas**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Jesús Ruíz (León & Russo Ing.)
 Tema : **Software en UT avanzado**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Juan Carlos Saavedra (BOEHLER)
 Tema : **Caracterización de materiales *in situ***
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Thomas Mangold (NIRO SAC)
 Tema : **Radiografía digital**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: José García, Víctor Rodríguez (León & Russo Ing.)
 Tema : **UT por TOFD-multicanal en tuberías a presión de aceros HSLA**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Ángel Arango (León & Russo Ing.)
 Tema : **Metrología láser en la evaluación de mainframe de camiones de gran tonelaje**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Alberto Reyna (ADEMINSAC)
 Tema : **Norma SNT-TC 1a**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Luis Chirinos Martínez (ADEMINSAC)
 Tema : **Rol de inspector QA/QC durante la ejecución de proyectos**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Isabel Torres Guerrero (ADEMINSAC)
 Tema : **Verificaciones mecánicas mediante sistema láser**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Eduardo Alcedo. (BOEHLER)
 Tema : **Aplicaciones del proceso FCAW en la industria azucarera**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Yanet Villasante (León & Russo Ing.)
 Tema : **El sistema de calidad en empresas de END**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: José Medina (León & Russo Ing.)
 Tema : **Los códigos para la aplicación de ACFM (Altern Current Field Measurement)**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

Expositor: Walter Álvarez (León & Russo Ing.)
 Tema : **Código ASME en la inspección de grúas**
 Fecha : 06.12.2008
 Lugar : Auditorio CSEN

E.3 Disertaciones del personal en conferencias y charlas organizadas por otras instituciones

Técnicas nucleares al servicio de la arqueología
 Fecha : 24.01.2008

Expositor : Paula Olivera
 Lugar : Museo Nacional de Arqueología, Antropología e Historia del Perú

Los materiales funcionales e inteligentes. Curso: Microscopía electrónica aplicada a la caracterización de materiales

Fecha : 3-5.09.2008
 Expositor : Alcides López
 Lugar : Sociedad Geológica del Perú

Perspectivas de la tecnología de irradiación en la agricultura y la agroindustria, frente al TLC y sierra exportadora

Fecha : 09.09.2008
 Expositor : Johnny Vargas
 Lugar : CIP - CIAA

Uso de anticuerpos monoclonales y otras biomoléculas marcadas con radioisótopos

Fecha : 25.10.2008
 Expositor : Anita Robles
 Lugar : Hospital Guillermo Almenara

Radioinmunoanálisis. Curso de medicina nuclear

Fecha : 30.10-25.11.2008
 Expositor : Eleazar Aliaga
 Lugar : Univ. Nac. Mayor de San Marcos

Problema de los radioinmunoanálisis medicina nuclear

Fecha : 13.11.2008
 Expositor : Eleazar Aliaga
 Lugar : Univ. Nac. Mayor de San Marcos

Producción y aplicaciones de los radioisótopos

Fecha : 26.11.2008
 Expositor : Anita Robles
 Lugar : Instituto Superior Tecnológico "Simón Bolívar"

La ejecución del proyecto Centro Nuclear de Investigaciones del Perú: 1977-1988

Fecha : 17 diciembre 2008
 Expositor : Conrado Seminario
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

La operación y la seguridad del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO

Fecha : 17 diciembre 2008
 Expositor : Iván Llamas
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

Nivel alcanzado por la producción de radioisótopos en el Centro Nuclear RACSO 1988-2008

Fecha : 17 diciembre 2008
 Expositor : Manuel Castro
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

Calidad investigación y desarrollo de radioisótopos

Fecha : 17 diciembre 2008
 Expositor : Anita Robles
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

Técnicas analíticas nucleares en el Centro Nuclear RACSO

Fecha : 18 diciembre 2008
 Expositor : Patricia Bedregal
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

Utilización de radioisótopos como trazadores en apoyo a la industria nacional

Fecha : 18 diciembre 2008
 Expositor : Carlos Sebastián
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

Licenciamiento de instalaciones y operadores en el Centro Nuclear RACSO

Fecha : 18 diciembre 2008
 Expositor : Renán Ramírez
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

La gestión de los residuos radiactivos a nivel nacional

Fecha : 18 diciembre 2008
 Expositor : Mario Mallaupoma
 Lugar : Ministerio Energía y Minas

F. Participación en Programas de Entrenamiento, Talleres, Cursos y Becas en el extranjero

Julio Villanueva R. (IPEN)
Curso de capacitación sobre equipo de detección avanzado
 Lugar : Santiago de Chile, Chile
 Período : 21-25.01.2008

Paula Olivera L. (IPEN)
Programa de capacitación en formulación, diseño y ejecución de proyectos para el estudio de usos y

costumbres de un lugar arqueológico mediante técnicas químicas convencionales

Lugar : Ciudad de México D.F., México
 Período: 28.01-28.03.2008

Ancira Baca (Universidad Nacional de Ingeniería)
Programa de capacitación en formulación, diseño y ejecución de proyectos para el estudio de usos y costumbres de un lugar arqueológico mediante técnicas químicas convencionales

Lugar : Ciudad de México D.F., México
 Período: 28.01-28.03.2008

Álvaro Aguirre (IPEN)
Reunión técnica subregional sobre evaluación de la seguridad en la gestión de desechos radiactivos

Lugar: La Habana, Cuba
 Período: 11-15.02.2008

Susana Petrick (Universidad Nacional de Ingeniería)
Taller Regional para evaluación estadística de datos

Lugar: San José, Costa Rica
 Período : 11-15.02.2008

Jasmin Hurtado (Universidad Peruana Cayetano Heredia)
Primera reunión de coordinadores del proyecto RLA/2/013

Lugar : Buenos Aires, Argentina
 Período : 03-07.03.2008

Víctor Corahua (IPEN)
Curso Regional de capacitación sobre aspectos de calidad en el manejo de desechos de bajo nivel radiactivo

Lugar : Belo Horizonte, Brasil
 Período : 03-14.03.2008

Renán Ramírez (IPEN)
Primera reunión de planificación del proyecto regional de fortalecimiento de la infraestructura nacional de regulación para el control de las fuentes de radiación (RLA/9/053)

Lugar : Montevideo, Uruguay
 Período : 03-07.03.2008

Juan Ávila (IPEN)
Taller Regional sobre el análisis de la demanda de energía utilizando el modelo MAED

Lugar : Asunción, Paraguay
 Período : 10-14.03.2008

Carlos Vargas Corpancho (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas)
Curso Regional de capacitación sobre tratamiento de cáncer cérvico-uterino basado en la evidencia

Lugar : Sao Paulo, Brasil
 Período : 10-14.03.2008

Bernardo Vizcarra Ladrón (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas)
Curso Regional de capacitación sobre tratamiento de cáncer cérvico-uterino basado en la evidencia

Lugar : Sao Paulo, Brasil
 Período : 10-14.03.2008

Manuel Castro (IPEN)
Visita científica al Instituto de Pesquisas Energéticas y Nucleares de Sao Paulo

Lugar : Sao Paulo, Brasil
 Período : 24-28.03.2008

Jesús Miranda (IPEN)
Curso regional de postgrado sobre protección radiológica y seguridad en el uso de fuentes de radiación

Lugar : Buenos Aires, Argentina

Período : 31.03-19.09.2008

Miguel Ticclacuri (IPEN)

Curso Regional de postgrado sobre protección radiológica y seguridad en el uso de fuentes de radiación

Lugar : Buenos Aires, Argentina

Período : 31.03-19.09.2008

Oscar Barriga (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas)

Curso Regional de capacitación sobre preparación y respuesta médicas a emergencias radiológicas y nucleares

Lugar : Santiago de Chile, Chile

Período : 31.03-04.03.2008

César Alarcón (Instituto Nacional de Salud del Niño)

Curso Regional sobre protección radiológica del paciente para médicos que aplican procedimientos de intervención utilizando fluoroscopia

Lugar : Montevideo, Uruguay

Período : 07-09.04.2008

Olgger Anaya (IPEN)

Curso de capacitación en la evaluación y análisis de las opciones de suministro de energía usando el modelo Message del OIEA

Lugar : Buenos Aires, Argentina

Período : 07-25.04.2008

Carlos Cáceres (Ministerio de Energía y Minas)

Curso de capacitación en la evaluación y análisis de las opciones de suministro de energía usando el modelo Message del OIEA

Lugar : Buenos Aires, Argentina

Período : 07-25.04.2008

Patricia Bedregal (IPEN)

Taller regional "Elaboración del manual de protocolos armonizados y evaluados para la toma de muestras y análisis de aguas y sedimentos"

Lugar: San Salvador, El Salvador

Período : 05-09.05-2008

Luz Baca Gutiérrez (Ministerio de Salud)

Taller regional "Elaboración del manual de protocolos armonizados y evaluados para la toma de muestras y análisis de aguas y sedimentos"

Lugar: San Salvador, El Salvador

Período : 05-09.05-2008

Conrado Seminario A. (IPEN)

Reunión plenaria extraordinaria de coordinadores nacionales. IX Reunión ordinaria del OCTA del acuerdo ARCAL

Lugar : Salta, Argentina

Período : 08-16.05.2008

César Pizarro (IPEN)

Reunión técnica de CLARA y taller de la red nacional de enseñanza e investigación de Brasil

Lugar : Rio de Janeiro, Brasil

Período : 23-28.05.2008

José Osoreo (IPEN)

Segunda reunión de coordinadores del proyecto red iberoamericana de laboratorios de análisis de radiactividad en alimentos (RILARA)

Lugar : Madrid, España

Período : 25-31.05.2008

Eleazar Aliaga (IPEN)

Segunda reunión de coordinadores del CRP desarrollo de radiofármacos terapéuticos basados en Lu-177 para radioterapia metabólica

Lugar : Milán, Italia

Período : 23-30.05.2008

María Díaz (IPEN)

Reunión regional sobre concesión de licencias de almacenes centralizados de desechos radiactivos incluyendo fuentes en desuso

Lugar : Ciudad de México D.F., México

Período : 26-30.05.2008

Walter Cruz (IPEN)

Reunión regional sobre concesión de licencias de almacenes centralizados de desechos radiactivos incluyendo fuentes en desuso

Lugar : Ciudad de México D.F., México

Período : 26-30.05.2008

José Osoreo (IPEN)

Programa de entrenamiento en diferentes metodologías de ensayo. CIEMAT

Lugar : Madrid, España

Período : 02-07.07.2008

Yuri Ravello (IPEN)

Curso regional de capacitación para primeros actuantes en caso de emergencia radiológica

Lugar : Montevideo, Uruguay

Período : 02-13.06.2008

Germán Mendoza (IPEN)

Reunión de coordinadores del proyecto fortalecimiento de diagnóstico y procedimientos terapéuticos en la prevención de enfermedades crónicas relacionadas con salud y nutrición, usando pruebas de aliento con C-13 (RLA/2007/022)

Lugar : Caracas, Venezuela

Período : 09-13.06.2008

Enoc Mamani (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre aplicaciones de perfilaje gamma, fuentes selladas y detección de fugas

Lugar : Caracas, Venezuela

Período : 16-20.06.2008

Renán Ramírez (IPEN)

Reunión técnica bienal de oficiales nacionales de enlace INES y sobre el intercambio de información sobre eventos

Lugar : Viena, Austria

Período : 01-04.07.2008

Susana González (IPEN)

Reunión regional sobre biomonitorio de contaminantes químicos en moluscos y pescado a fin de asegurar la sanidad de productos marinos en América Latina y el Caribe

Lugar : Santiago de Chile, Chile

Período : 21-24.07.2008

Rolando Arrieta (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre sistemas nacionales de contabilidad y control de materiales nucleares

Lugar : Veracruz, México

Período : 14-25.07.2008

Susana González (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre protección radiológica ocupacional

Lugar : Ciudad de México D.F., México

Período : 25-29.08.2008

Conrado Seminario (IPEN)

Reunión de coordinación de la división para América Latina y el Caribe de oficiales de enlace, coordinadores de ARCAL y asistentes

Lugar : Varadero, Cuba
Período : 01-06.09.2008

Alberto Montano (IPEN)
Reunión de coordinación de la división para América Latina y el Caribe de Oficiales de Enlace, Coordinadores de ARCAL y asistentes

Lugar : Varadero, Cuba
Período : 01-05.09.2008

Nelly Paz (IPEN)
Reunión de coordinación de la división para América Latina y el Caribe de Oficiales de Enlace, Coordinadores de ARCAL y asistentes

Lugar : Varadero, Cuba
Período : 01-06.09.2008

Marco Espinoza (IPEN)
Reunión de la Organización Mundial de la Salud y Conferencia BIODOSE 2008

Lugar : Hannover, New Hampshire, EE.UU.
Período : 08-12.09.2008

Roberto Giol Sanders (IPEN)
Curso de postgrado sobre seguridad nuclear

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 22.09-19-12.2008

Marco Munive (IPEN)
Curso de postgrado sobre seguridad nuclear

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 22.09-19-12.2008

Tony Benavente (IPEN)
Reunión regional de coordinadores nacional sobre planificación del fortalecimiento de la protección radiológica de los pacientes en América Latina. Reunión regional sobre intercambio de conocimientos y experiencias en materia de reglamentación

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 13-18.10.2008

Eduardo Medina G. (IPEN)
12° Congreso Internacional IRPA-12. Reunión regional sobre intercambio de conocimientos y experiencias en materia de reglamentación

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 18-24.10.2008

Susana Gonzáles (IPEN)
12° Congreso Internacional IRPA-12

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 19-24.10.2008

Víctor Corahua (IPEN)
12° Congreso Internacional IRPA-12

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 19-24.10.2008

Víctor Corahua (IPEN)
Curso regional de capacitación sobre la formulación de un programa de monitorización del lugar de trabajo

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Navor Figueroa Jamanca (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas)
Curso regional de capacitación sobre la formulación de un programa de monitorización del lugar de trabajo

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Mario Mallaupoma (IPEN)

Reunión regional de coordinación RLA/9/055. Reunión regional sobre monitoreo con fines de protección radiológica. 12° Congreso Internacional de la Asociación Internacional de Protección Radiológica (IRPA-12)

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 13-24.10.2008

Gerardo Maghella (IPEN)
Curso regional de capacitación sobre estudios de interconexión de pozos petroleros y dispersión de contaminantes con tecnología de radiotrazadores

Lugar : Belo Horizonte, Brasil
Período : 27-31.10.2008

Marco Espinoza (IPEN)
Reunión sobre los resultados del ejercicio de intercomparación realizado en el ámbito de la Red Latinoamericana de Dosimetría Biológica

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Yuri Ravello (IPEN)
Reunión sobre la preparación y respuesta a emergencias nucleares y radiológicas

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Iván Llamas (IPEN)
Reunión internacional sobre la aplicación del código de conducta en la seguridad de los reactores de investigación

Lugar : Viena, Austria
Período : 27-31.10.2008

Constantino León (IPEN)
Taller regional sobre clausura de instalaciones que usan material radiactivo

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Julio César Romaní (IPEN)
Taller regional sobre clausura de instalaciones que usan material radiactivo

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-31.10.2008

Conrado Seminario (IPEN)
Reunión técnica relacionada con la convención conjunta sobre seguridad en la gestión del combustible gastado y sobre seguridad en la convención de desechos radiactivos

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-28.10.2008

Santiago Regalado (IPEN)
Reunión sobre preparación y respuesta a emergencias nucleares y radiológicas

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Período : 27-30.10.2008

Carlos Sebastián (IPEN)
Segunda reunión de coordinación del proyecto ARCAL RLA/8/042 Aplicaciones de tecnologías nucleares para la optimización de procesos industriales y la preservación del medio ambiente

Lugar : Belo Horizonte, Brasil
Período : 03-07.11.2008

José Osoreo (IPEN)
Curso regional de capacitación sobre planificación y ejecución de actividades de rehabilitación en el ciclo de producción de uranio

Lugar : San Rafael, Argentina
Período : 03-07.11.2008

Jorge Martínez (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre identificación de biomonitores adecuados y comparables en los diferentes países y armonización de técnicas de muestreo y de tratamiento de muestra previo a su análisis

Lugar : Córdoba, Argentina
Período : 03-13.11.2008

José Espinoza Babilón (Universidad Peruana Cayetano Heredia)

Curso regional de capacitación sobre diagnóstico, epidemiología y control moleculares de la fasciolosis animal en la región de América Latina

Lugar : La Habana, Cuba
Período : 10-14.11.2008

Aida Cordero Ramírez (Universidad Nacional Agraria La Molina)

Curso regional de capacitación sobre diagnóstico, epidemiología y control moleculares de la fasciolosis animal en la región de América Latina

Lugar : La Habana, Cuba
Período : 10-14.11.2008

Gerardo Lázaro (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre los fundamentos de la protección física de los materiales y las instalaciones nucleares

Lugar : Santiago de Chile, Chile
Período : 17-21.11.2008

Santiago Ticona (IPEN)

Curso regional de capacitación sobre los fundamentos de la protección física de los materiales y las instalaciones nucleares

Lugar : Santiago de Chile, Chile
Período : 17-21.11.2008

Heddy Luna Villar (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas)

Curso regional de capacitación en la actualización para tecnólogos en radioterapia

Lugar : Guayaquil, Ecuador
Período : 17-21.11.2008

Julia Montes Bellido (EsSALUD - Hospital Edgardo Rebagliati)

Curso regional de capacitación en la actualización para tecnólogos en radioterapia

Lugar : Guayaquil, Ecuador
Período : 17-21.11.2008

Carlos Cornejo Torres (Hospital Goyeneche, Arequipa)

Curso regional de capacitación en la actualización para tecnólogos en radioterapia

Lugar : Guayaquil, Ecuador
Período : 17-21.11.2008

Juan Ávila (IPEN)

Reunión regional sobre la evaluación y análisis de la demanda de energía usando el modelo MAED y la evaluación de opciones de suministro de energía usando el modelo Message

Lugar : Santo Domingo, República Dominicana
Período : 24-28.11.2008

Olgger Anaya (IPEN)

Reunión Regional sobre la evaluación y análisis de la demanda de energía usando el modelo MAED y la evaluación de opciones de suministro de energía usando el modelo Message

Lugar : Santo Domingo, República Dominicana
Período : 24-28.11.2008

Jacinto Valencia (IPEN)

Reunión regional sobre el desarrollo de las actividades del ciclo de producción de uranio

Lugar : Salvador, Brasil
Período : 24-28.11.2008

José Osoreo (IPEN)

Reunión regional de coordinadores del proyecto RLA/9/056

Lugar : Montevideo, Uruguay
Período : 24-28.11.2008

Víctor Moreno (IPEN)

Curso descripción archivística en formato electrónico (Centro de Formación de la Cooperación Española - AECID)

Lugar : Santa Cruz, Bolivia
Período : 24-28.11.2008

Carlos Ampuero (IPEN)

Taller sobre la implementación de la resolución 1540 del Consejo de Seguridad de las Naciones Unidas

Lugar : Sao Paulo, Brasil
Período : 24-28.11.2008

G. Participantes Nacionales en Eventos Organizados por IPEN-OIEA en Perú

David Carrillo (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú
Período : 10-14.03.2008

Rolando Arrieta (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú

Período : 10-14.03.2008

José Castro (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú

Período : 10-14.03.2008

Agustín Zúñiga (IPEN)

Taller Regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú

Período : 10-14.03.2008

Constantino León (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú

Período : 10-14.03.2008

Patricia Bedregal (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú

Período : 10-14.03.2008

José Solís (IPEN)

Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú
Período : 10-14.03.2008

Oscar Baltuano (IPEN)
Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú
Período : 10-14.03.2008

Juan Rodríguez (IPEN)
Taller regional aumento sustentable de la utilización de reactores de investigación en América Latina y el Caribe

Lugar : Lima, Perú
Período : 10-14.03.2008

Álvaro Aguirre (IPEN)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Fernando Ramos (IPEN)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Bruno Mendoza (IPEN)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Andrés Corahua (IPEN)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Germán Cáceres (IPEN)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Rubén Yáñez (Policía Nacional del Perú)
Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 02-04.04.2008

Agustín Urcia (IPEN)
Taller nacional arreglos para la detección, interdicción y respuesta a actos criminales y no autorizados que involucren material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 14-18.04.2008

María Díaz (IPEN)
Taller nacional arreglos para la detección, interdicción y respuesta a actos criminales y no autorizados que involucren material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 14-18.04.2008

Germán Cáceres (IPEN)

Taller nacional arreglos para la detección, interdicción y respuesta a actos criminales y no autorizados que involucren material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 14-18.04.2008

Bruno Mendoza (IPEN)
Taller nacional arreglos para la detección, interdicción y respuesta a actos criminales y no autorizados que involucren material nuclear y otros materiales radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 14-18.04.2008

Mario Mallaupoma (IPEN)
Taller regional sobre desarrollo e implementación de políticas y estrategias nacionales para el manejo de los residuos radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 26-30.05.2008

Santiago Regalado (IPEN)
Taller regional sobre desarrollo e implementación de políticas y estrategias nacionales para el manejo de los residuos radiactivos

Lugar : Lima, Perú
Período : 26-30.05.2008

Agustín Zuñiga (IPEN)
Curso básico de vigilancia tecnológica (CONCYTEC)

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-30.07-01-30.08.2008

Julio Santiago (IPEN)
Reunión final del programa coordinado de investigación “aplicación de técnicas analíticas nucleares para la investigación de autenticidad de objetos de arte”

Lugar : Cuzco, Perú
Período : 03-07.11.2008

Guido Arroyo Pauca (Consultor)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-05.12.2008

Alicia Cobeñas Sánchez (Min. de Energía y Minas)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-05.12.2008

Alfredo Rodríguez Muñoz (Min. de Energía y Minas)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-05.12.2008

Jorge Condori (IPEN)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-05.12.2008

Angélica Coronel Flores (Congreso de la República)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú
Período : 01-05.12.2008

Susana Gonzáles (IPEN)
Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

Enoc Mamani (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

José Osoreo (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

Santiago Regalado (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

Miguel Tiellacuri (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

Jacinto Valencia (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

Julio Villanueva (IPEN)

Curso regional sobre sistemas de ordenación ambiental en el ciclo de producción de uranio

Lugar : Lima, Perú

Período : 01-05.12.2008

H. Estancias y Pasantías a Investigadores Extranjeros

Jackeline Paca Benites (Ecuador)

Capacitación en fitogenética y fitogenética (Univ. Nacional Agraria La Molina (UNALM))

Lugar : Lima, Perú

Período : 30.07-30.10.2008

Rocío Griselda Choque Mamani (IBTEN, Bolivia)

Capacitación en técnicas analíticas nucleares. Absorción atómica

Lugar : Lima, Perú

Período : 06.10-05.11.2008

I. Proyectos de Investigación con Financiamiento Concursado

Programa de Ciencia y Tecnología para el Equipamiento Científico - FINCYT. Contrato N° 107

Acondicionamiento del laboratorio de control de calidad del proceso de irradiación en el IPEN

Responsable: Marco Linares Agüero

Financiamiento: S/. 273 780.00

Programa de Ciencia y Tecnología para el Equipamiento Científico - FINCYT. Contrato N° 094

Evaluación del agua y suelo con la aplicación de técnicas nucleares que permitirá potenciar la producción mediante la optimización del riego y del fertilizante.

Responsable: Gerardo Maghella Seminario

Financiamiento: S/. 254 776.00

J. Patentes

N° Título : 4938

Otorgado por : Oficina de Invenciones y Nuevas Tecnologías del INDECOPI

Denominación : **Síntesis del clorhidrato de la 2-metilalilamina**

Clasificación : C07C- 209/08 C07C 2111/21

Inventores : Jesús Estrella Baquerizo Acosta, José Luis López Gabriel, Anita Elizabeth Robles Nique, Manuel Alfredo Castro Vicente, Bertha Juli Ramos Trujillo

K. Proyectos Financiados por el Organismo Internacional de Energía Atómica mediante el Acuerdo Regional para la Cooperación en América Latina (ARCAL)

K.1 Proyectos nacionales para el bienio 2007-2008

PER/0/022 **Desarrollo de recursos y apoyo a la tecnología nuclear**

Coordinador: Conrado Seminario Arce (IPEN)

PER/5/029 **Genómica de alpacas: Identificación de genes expresados y marcadores genéticos asociados con la productividad y mortalidad embrionaria**

Coordinador: Armando Hung Chaparro (Universidad Peruana Cayetano Heredia)

PER/5/030 **Mejoramiento genético de quinua y kiwicha usando mutaciones inducidas y biotecnología**

Coordinador: Luz Gómez Pando (Universidad Nacional Agraria de La Molina)

PER/8/015 **El acuífero de Mancora: Desarrollo de un plan de manejo con ayuda de métodos hidroquímicos e isotópicos para prevenir la intrusión de agua de mar**

Coordinador: Ignacio Benavent (Universidad de Piura)

K.2 Proyectos ARCAL para el bienio 2007-2008

RLA/0/034 **Programación nacional y regional**

Coordinador : Iván Llamas Montoya (IPEN)

RLA/0/035 **Promoción de la cooperación técnica entre países en desarrollo y fortalecimiento del acuerdo ARCAL a fin de contribuir con los programas de cooperación técnica en América Latina**

Coordinador : Alberto Montano Chuqui (IPEN)

RLA/1/010 **Manejo mejorado a nivel de la región de acuíferos contaminados con metales**

Coordinador : Patricia Bedregal Salas (IPEN)

RLA/2/013 **Estudios de correlación entre la deposición atmosférica y problemas sanitarios en América Latina: Técnicas analíticas nucleares y biomonitorio de la polución atmosférica**

Coordinador : Jasmin Hurtado Custodio (Universidad Peruana Cayetano Heredia - UPCH)

RLA/6/050 **Implementación de una red de control y aseguramiento de la calidad para diagnóstico molecular de enfermedades producidas por insectos**

Coordinador : Omar Cáceres Rey (Instituto Nacional de Salud - INS)

RLA/6/051 **Fortalecimiento de la actuación de profesionales en física médica**

Coordinador : Eduardo Medina Gironzini (IPEN)

RLA/6/058 Mejoramiento del aseguramiento de la calidad en radioterapia en la región de América Latina

Coordinador : Luis Pinillos Ashton (Instituto Nacional de Enfermedades Neoplásicas -INEN)

RLA/8/041 Aplicación de técnicas isotópicas para el manejo integrado de acuíferos costeros

Coordinador : Rubén Rojas Molina (IPEN)

RLA/8/042 Aplicación de tecnología nuclear para la optimización de procesos industriales y para la protección del medio ambiente

Coordinador : Carlos Sebastián Calvo (IPEN)

RLA/8/043 Uso de técnicas analíticas nucleares y desarrollo de base de datos para la caracterización y preservación de objetos de la herencia cultural

Coordinador : Julio Santiago Contreras (IPEN)

K.3 Proyectos regionales para el bienio 2007-2008**RLA/2/012 Cooperación y desarrollo de conocimientos orientados a lograr la excelencia en radiofarmacia y radioquímica**

Coordinador: Conrado Seminario Arce (IPEN)

RLA/3/005 Fortalecimiento de la infraestructura para la gestión de residuos radiactivos en países de América Latina y el Caribe

Coordinador: Mario Mallaupoma Gutiérrez (IPEN)

RLA/3/006 Modernización a nivel regional de las técnicas de exploración, explotación y producción de pasta amarilla teniendo en cuenta los aspectos ambientales

Coordinador: Jacinto Valencia Herrera (IPEN)

RLA/4/020 Ingeniería de cascos para el transporte de combustible gastado de reactores de investigación

Coordinador: Constantino León Benites (IPEN)

RLA/5/049 Control integrado de fasciolosis en América Latina (Apoyo a Programas Nacionales)

Coordinador: José Espinoza Babilón (SENASA)

RLA/6/055 Uso de técnicas moleculares y radioisotópicas para fortalecer los programas de evaluación y control de la malaria

Coordinador: Giselly Híjar Guerra (Instituto Nacional de Salud - INS)

RLA/9/053 Fortalecimiento de la infraestructura regulatoria nacional para el control de fuentes radiactivas

Coordinador: José Osoreo Rebaza (IPEN)

RLA/9/054 Fortalecimiento de los sistemas nacionales para la preparación y respuesta a emergencias nucleares y radiológicas

Coordinador: Renán Ramírez Quijada (IPEN)

RLA/9/055 Fortalecimiento de la infraestructura nacional y del marco regulatorio para la gestión segura de los desechos radiactivos en los países de América Latina

Coordinador: Mario Mallaupoma Gutiérrez (IPEN)

RLA/9/056 Fortalecimiento y actualización de las capacidades técnicas para la protección de la salud y de la seguridad de trabajadores ocupacionalmente expuestos a radiaciones ionizantes

Coordinador: Santiago Regalado Campana (IPEN)

RLA/9/057 Protección radiológica de pacientes en exposición radiológica

Coordinador: Tony Benavente Alvarado (IPEN)

RLA/9/059 Incremento de las acciones de entrenamiento en seguridad nuclear

Coordinador: Santiago Regalado Campana (IPEN)

L. Misiones y Visitas de Expertos

Nombre : Bud Hockett
 Procedencia : EE.UU.
 Tema : **Asesoría a Sensormatic/IPEN**
 Período : 27.01-01.02.2008

Nombre : Jeremy Jamison
 Procedencia : EE.UU.
 Tema : **Asesoría a Sensormatic/IPEN**
 Período : 27.01-01.02.2008

Nombre : Erica Mccaw
 Procedencia : EE.UU.
 Tema : **Asesoría a Sensormatic/IPEN**
 Período : 27.01-01.02.2008

Nombre : Francisco Rondinelli
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Actividades de fortalecimiento del acuerdo ARCAL, Reunión del Comité Directivo**
 Período : 12.02-15.03.2008

Nombre : Peter Colgan
 Procedencia : EE.UU.
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 27-29.03.2008

Nombre : Sophia Miaw
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 02-04.04.2008

Nombre : Luis Conti
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 02-04.04.2008

Nombre : Marcos Moreira
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 02-04.04.2008

Nombre : Lidia Vasconcellos
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 02-04.04.2008

Nombre : Aggeu Bezerra
 Procedencia : Brasil
 Tema : **Taller nacional sobre respuesta a alarmas de detección que involucran material nuclear y otros materiales radiactivos**
 Período : 02-04.04.2008

Nombre : Jean Louis Pinault
 Procedencia : Francia
 Tema : **TASK: Use of PGNAA borehole logging for Ca grade at open cut mine. Use of the**

PGNAA in the cement plant and other mine like Cu, coal and phosphates

Período : 14-18.04.2008

Nombre : Johan Smitz

Procedencia : OIEA

Tema : **Asesoría a la Universidad Peruana Cayetano Heredia**

Período : 11-20.04.2008

Nombre : Jane Gerardo-Abaya

Procedencia : OIEA

Tema : **Reunión sobre aseguramiento de la calidad analítica**

Período : 01-04-07.2008

Nombre : Lisa Zeiller

Procedencia : OIEA

Tema : **Reunión sobre aseguramiento de la calidad analítica**

Período : 01-04-07.2008

Nombre : Michael Strosinski

Procedencia : EE.UU.

Tema : **Evaluación del programa de mejoramiento de la seguridad física del RP-10 y coordinación de acciones de cooperación para el mediano plazo**

Período : 07-08.08.2008

Nombre : Robert Javier Peña

Procedencia : México

Tema : **Evaluación de la calidad de los granos (PER/5/030)**

Período : 23-29.08.2008

Nombre : Victor Siregar

Procedencia : OIEA

Tema : **Inspección de salvaguardias**

Período : 15-16.09.2008

Nombre : Bayou Temesgen Teshome

Procedencia : OIEA

Tema : **Inspección de salvaguardias**

Período : 15-16.09.2008

Nombre : Ray Grinberg

Procedencia : EE.UU.

Tema : **Evaluación del programa de mejoramiento de la seguridad física del RP-10**

Período : 15-19.09.2008

Nombre : Jim Lee Matzke

Procedencia : EE.UU.

Tema : **Evaluación del programa de mejoramiento de la seguridad física del RP-10**

Período : 15-19.09.2008

Nombre : Alfredo Víctor Bellido Bernedo

Procedencia : Brasil

Tema : **Taller sobre análisis de estadístico multivariado aplicado a la arqueometría**

Período : 15-20.09.2008

Nombre : Milton Soares

Procedencia : Brasil

Tema : **Equipamiento para un sistema automático de monitoreo de radioprotección de la Planta de Producción de Radioisótopos**

Período : 13-17.10.2008

Nombre : Kyle Wright

Procedencia : EE.UU.

Tema : **Evaluación del programa internacional de disminución de la amenaza radiológica**

Período : 24-27.10.2008

Nombre : Dret G. Timps

Procedencia : EE.UU.

Tema : **Evaluación del programa internacional de disminución de la amenaza radiológica**

Período : 24-27.10.2008

Nombre : Lumir Nachmilner

Procedencia : OIEA

Tema : **Evaluación del proyecto PER/08004**

Período : 09-13.11.2008

Nombre : Juan Arcangel Vega Lino

Procedencia : OIEA

Tema : **Dictado curso física de radioterapia para la VI Maestría en física médica**

Período : 01-30.11.2008

Nombre : José María Marti Climent

Procedencia : España

Tema : **Dictado curso de medicina nuclear (RLA/0/022)**

Período : 15-31.11.2008

Nombre : Massoud Malek

Procedencia : OIEA

Tema : **Evaluación del proyecto PER/5/029: En la UPCH**

Período : 17-21.11.2008

Nombre : Alberto Quejido

Procedencia : OIEA

Tema : **Evaluación de proyecto sobre contaminación con metales (RLA/1/010)**

Período : 15-22.11.2008

Nombre : Isaac Cohen

Procedencia : OIEA

Tema : **Evaluación del proyecto RLA/1/010**

Período : 24-28.11.2008

Nombre : Peter Waggit

Procedencia : OIEA

Tema : **Taller uranio. Evaluación proyecto RLA/3006**

Período : 28.11-05.12.2008

Nombre : Stephan Evans

Procedencia : OIEA

Tema : **Asesoría en temas regulatorios a la Oficina de la Autoridad Nacional**

Período : 08-13.12.2008

Nombre : Adriana Nicic

Procedencia : OIEA

Tema : **Asesoría en temas regulatorios a la Oficina de la Autoridad Nacional**

Período : 08-13.12.2008

Nombre : Paul Molyneaus

Procedencia : OIEA

Tema : **Asesoría en temas regulatorios a la Oficina de la Autoridad Nacional**

Período : 08-13.12.2008

Índice de Autores

A

Aguirre Álvaro	274
Agurto Guilmer	179
Aliaga Eleazar	59,179
Álvarez Arthur	247
Arias Pablo	278
Arrieta Rolando	96,131,138

B

Babiche Iván	162
Baltuano Oscar	96,141,146,152,157, 169,209
Bedregal Patricia	3,28,36,47,63,68, 75, 169,231
Benites María	59,271

C

Cabrera Julieta	87
Canaza Dionisio	138
Carrillo David	186
Castro Emma	252,256,260
Castro José	131
Castro Manuel	186,289
Cavero Luis	183,186
Cifuentes Ever	191,228
Cohen Isaac	28,68
Condori Jorge	224
Corahua Andrés	271,278
Cruz Walter	274
Cunya Eduardo	14,228

CH

Chui Heber	41
------------	----

E

Espichán Fabio	247
----------------	-----

F

Félix José	138
Fornaciari María	68

G

Gago Javier	28,55,96,108,146,152, 157, 169,220
Gallardo Alberto	134
Gayoso Carlos	289

Gilvonio Leoncio	209
Giol Roberto	138
González Susana	231,239
Gutiérrez Carmen	19

H

Hernández Yuri	96,157,169
Herrera Jorge	186,191
Huatay Luis	183,186,216
Huaypar Yezeña	41

J

Jara Raúl	231,235,239
-----------	-------------

K

Koga Roberto	51,175,179
--------------	------------

L

León Constantino	162
León Kety	87,102,108,247
Linares Marco	252,256,260
Lobato Iván	91,114
López Alcides	3,19,36,108
López Edith	231,239

M

Maghella Gerardo	224
Maguiña José	224
Mallaupoma Mario	216,220,274
Mamani Enoc	224
Martínez Jorge	36,231,239
Martínez Ramos	183,186,191,278
Medina Edgard	216
Medina Eduardo	301
Medina Max	175,179,183
Medina Rafael	209
Mendoza Bruno	216
Mendoza Mario	169
Mendoza Pablo	28,36,47,63,75,169,231
Miramira Bibiano	41
Miranda Jesús	59,183,186,271
Montoya Eduardo	28,47,63,68,75,169
Montoya Modesto	9,91
Munive Marco	14,28,55,96,108,169, 209

N

Novoa Carlos 51,175

O

Ocaña Elías 191
 Olivera Paula 14,19,23,41,79
 Osores José 231,235,239,267,281,
 284
 Otero Manuel 186
 Ovalle Edgar 123,138

P

Paez José 278
 Pardo José 75,191
 Petrick Susana 23
 Petzoldt Ingrid 179
 Pinault Jean-Louis 197
 Portilla Arturo 186

Q

Quispe Flor 252

R

Ramón Arturo 123
 Ramos Alberto 186,278
 Ramos Bertha 59
 Ramos Fernando 123,138
 Revilla Ángel 28,162
 Rodríguez Genaro 274
 Rodríguez Juan 108
 Rojas Justo 9,91,114
 Rojas Rubén 36
 Ruíz Ricardo 228

S

Salazar Alberto 131,138
 Santiago Julio 19,36,87,102,247
 Solís José 19,197,209

T

Torres Blanca 47,63,68,75,169,231,
 295

U

Ubillús Marco 47,63,75,169,231
 Urcia Agustín 131,138

V

Valencia Edilberto 41
 Valencia Jacinto 3,305
 Vargas Johnny 252,256,260
 Vela Johan 247
 Vela Mariano 131,138
 Veramendi Emilio 123,138
 Vetter Luisa 23
 Vivanco Mónica 252,256,260

Z

Zanabria César 209
 Zapata Luis 138
 Zeballos Elvira 41
 Zegarra Lourdes 289
 Zúñiga Agustín 123