

Control de calidad de las cápsulas y tapas de aluminio empleadas en la irradiación de blancos para la producción de los radioisótopos

María Benites^{1,*}, Pablo Mendoza², Andrés Corahua¹, Jesús Miranda¹

¹ Dirección de PROD-PPR (Producción-Planta de Producción de Radioisótopos), Instituto Peruano de Energía Nuclear, Centro Nuclear "RACSO", Lima, Perú

² Dirección de INDE-TANU (Investigación y Desarrollo-Técnicas Analíticas Nucleares), Instituto Peruano de Energía Nuclear, Centro Nuclear "RACSO", Lima, Perú

Resumen

En el presente trabajo se da a conocer los resultados del estudio del control de calidad de las cápsulas y tapas de aluminio empleadas en la irradiación de blancos, para la producción de radioisótopos en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) del Centro Nuclear RACSO del Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN). Este estudio se llevó a cabo debido a la elevada tasa de dosis en la celda RMI del reactor RP-10, obteniéndose en algunos casos valores por encima de los 1000 mR/h. Se asignó en primer lugar un código a dicho insumo de acuerdo con nuestro sistema de calidad, siendo este el IN 135. Asimismo, en base a los resultados de todos los controles de calidad, se elabora la especificación técnica, ET 001-PR20-PPR, denominada "Especificación técnica de las cápsulas y tapas de aluminio", en la cual el tipo de aleación normalizada de aluminio solo puede ser 1XXX o 2XXX ($Al \geq 90.75\%$ y $Mn \leq 0.9\%$). Considerando como parámetro principal solo la tasa de dosis en la celda RMI del RP-10, en la recepción de las cápsulas de aluminio para la PPR, el tipo de aleación normalizada de aluminio a emplear puede ser 1XXX o 2XXX, según lo estipulado en la ET mencionada; sin embargo, considerando el porcentaje de fallas en el sellado y hermeticidad, el aluminio a emplear debe ser del tipo 1XXX ($Al \geq 99\%$ y $Mn \leq 0.05\%$), por lo cual, se modifica la ET, quedando vigente la ET 001-PR20-PPR – Versión 2.

Abstract

In the present work there are announced the results of the study of the quality control of the capsules and lids of aluminum used in the irradiation of targets, for the production of radioisotopes in the Plant of Production of Radioisotopes (PPR) of the Nuclear Center RACSO of the Peruvian Institute of Nuclear Energy (IPEN). This study, it was carried out due to the high rate of dose in the cell RMI of the RP-10 reactor, being obtained in some cases value over the 1000 mR/h. A code was assigned first to the above mentioned input of agreement by our system of quality, being this the IN 135. Likewise, on the basis of the results of all the quality controls, the technical specification is elaborated, ET 001-PR20-PPR, called "Technical specification of the capsules and lids of aluminum", in which the type of alloy normalized of aluminum only can be 1XXX or 2XXX ($Al \geq 90.75\%$ and $Mn \leq 0.9\%$). Considering the rate of dose to be a principal parameter only in the cell RMI of the RP-10, in the receipt of the capsules of aluminium for the PPR, the type of alloy normalized from aluminum to use can be 1XXX or 2XXX, according to the stipulated in the mentioned ET; nevertheless, considering the percentage of faults in the sealed one and staunchness, the aluminum to using must be of the type 1XXX ($Al \geq 99\%$ and $Mn \leq 0.05\%$), for which, the ET is modified, remaining in force the ET 001-PR20-PPR - Version 2.

1. Introducción

Las cápsulas y tapas de aluminio son insumos empleados en la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR) del Centro Nuclear RACSO, para irradiar los blancos de los radioisótopos que serán producidos. Los utilizados inicialmente, fueron de fabricación argentina que tenían sus respectivas

especificaciones técnicas. Al agotarse el insumo se buscó un proveedor local (empresa SABRA E.I.R.L.), que fabricó la matriz, basándose en las medidas y diseño según plano argentino con código PE01079932320400MP000[1], de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA).

* Correspondencia autor: mbenites@ipen.gob.pe

Las adquisiciones de dicho insumo realizadas hasta el año 2003 no tuvieron fallas. En el mes de setiembre del 2008 se recibe un nuevo lote del mismo proveedor. El 22/09/08, el oficial de Radioprotección informa al jefe de la PPR, que las tasas de dosis en la celda RMI del RP-10 eran más elevadas a lo acostumbrado, obteniéndose valores de 320 mR/h, razón por lo cual se procede a realizar una exhaustiva investigación. Se le asigna un código a dicho insumo de acuerdo con nuestro sistema de calidad, siendo este el IN 135. Se realiza una serie de consultas al personal de la PPR, tanto del Dpto. de MAPL como de PROC. Asimismo, se inicia una búsqueda bibliográfica, para tener mayor información, acerca de la existencia de los tipos de las aleaciones normalizadas de aluminio.

2. Experimental

El total de unidades entregadas por el proveedor, desde el 28 de enero al 22 de abril de 2009, fue de 650 unidades de cápsulas con sus respectivas tapas, distribuidas en 05 envíos, generándose sus respectivas solicitudes de inspección y muestreo de materiales, correspondiendo a las siguientes: IN-029/09 (14 unidades), IN-032/09 (96 unidades), IN-033/09 (270 unidades), IN-040/09 (220 unidades), IN-047/09 (50 unidades).

Los controles efectuados fueron los siguientes:

- Pureza química
- Sellado y prueba de estanqueidad
- Forma y dimensiones
- Tasa de dosis en la celda RMI del RP-10

2.1 Pureza química

El control de pureza química se realizó a 07 muestras, efectuándose de la siguiente forma:

2.1.1 Método de análisis

Análisis por activación neutrónica (AAN), mediante la técnica de "Determinación de radionúclidos de vida media intermedia y larga por activación neutrónica, método k_0 " Este método fue realizado por el personal de la Dirección de INDE-TANU (Investigación y Desarrollo -Técnicas Analíticas Nucleares).

2.1.2 Preparación de las muestras

Las cápsulas y tapas, para ser analizadas, fueron preparadas en forma de virutilla, identificadas, embolsadas y enviadas por separado. El peso aproximado de las cápsulas fue de 3 g y de las tapas de 2 g. Muestras de similar peso se dejaron en la PPR, como contra muestra.

2.2 Sellado y prueba de estanqueidad

La prueba de sellado y de estanqueidad se realizó en la Sección de Irradiación del Dpto. de Procesos-PPR, habiéndose efectuado previamente el tratamiento tanto de las cápsulas y tapas con NaOH y HNO₃, siguiendo las instrucciones de la PO 003-PR20-PPR denominada "Procedimiento para sellado, control de estanqueidad de las cápsulas de aluminio y entrega de blancos al RP-10".

El tipo de sellado o soldadura que se realiza a estas cápsulas con sus tapas es en frío, aplicando presión mediante matrices a ambas piezas, siendo necesario que las piezas sean dúctiles.

2.3 Forma y dimensiones

Cada vez que se recepcionaban las muestras de los 05 envíos, se tomaba una muestra de un 10 %, teniendo un total de 65 unidades, tanto de cápsulas como de tapas.

Para el control de la forma y mediciones de las 65 unidades iniciales se tomó una muestra de 32, aplicando la Tabla Militar, con un nivel de inspección y plan de muestreo reducido, considerando un total de 650 unidades (Tabla 1).

Tabla 1. Muestras del control de forma y dimensiones.

N° Envío	Solicitud inspección y muestreo (Fecha)	N° unidades enviadas	N° unidades del muestreo inicial	unidades medidas
1	IN-029/09 (28-01-09)	14	2	del 1 al 2 (2)
2	IN-032/09 (04-02-09)	96	10	del 3 al 8 (6)
3	IN-033/09 (20-02-09)	270	27	del 9 al 20 (12)
4	IN-040/09 (26-03-09)	220	22	del 21 al 30 (10)
5	IN-047/09 (22-04-09)	50	5	del 31 al 32 (2)

Las mediciones se realizaron analizándolas tal cual vinieron originalmente, es decir sin previo tratamiento. El instrumento de medición empleado fue el Vernier Mitutoyo, con una sensibilidad de 0.05 mm.

2.4 Tasa de dosis en la celda RMI del RP-10 (Recepción de muestras irradiadas)

Se tomó datos de los registros de recepción del RP-10 de los años 2008 y 2009, del Área de Radioprotección-PPR.

3. Resultados y Discusión

3.1 Pureza química

En el análisis químico para determinar el tipo de aleación de aluminio empleada es muy importante el % de aluminio y para nosotros sobre todo el contenido de la impureza de Manganeso, debido a que este elemento al ser irradiado en el reactor RP-10, se activa el Mn-56, con energías gammas altas entre 0.85 – 3.37 MeV, con una vida media de 2.58 h, dando tasas de dosis altas innecesarias al personal. Por tal motivo, el % de Al debe ser $\geq 90.75\%$ y el % de Mn $< 0.9\%$.

Después de la primera alerta del Oficial de Radioprotección (22/09/08) por las elevadas tasas de dosis en la celda RMI del RP-10 de 320 mR/h, se envía a INDE-TANU una muestra de las cápsulas y las tapas de aluminio recibidas, para que se realice un análisis químico mediante la técnica de AAN. Asimismo, se envía una muestra de cápsula y tapa de un lote anterior de 200 unidades enviadas por el mismo proveedor en el año 2003.

Debido a que el insumo no tenía la pureza química solicitada, se notifica al proveedor, su retiro para su tratamiento. Posteriormente, el proveedor envía un lote de unidades del insumo, el cual es analizado por la misma técnica anterior, pero en este caso, se envían muestras de dicho insumo de 03 tipos: El primero, correspondía a un envío anterior realizado por el mismo proveedor en el 2003; el segundo, correspondía al lote reciente y el tercero era de fabricación argentina. Los resultados de pureza química del nuevo envío, continúan siendo no satisfactorios. El proveedor efectúa la acción correctiva necesaria, cambiando el tipo de la plancha de aluminio empleada en la fabricación del insumo. Posteriormente, el proveedor envía un pequeño lote de 14 unidades (28-01-09), los mismos que fueron analizados obteniéndose resultados satisfactorios. Con esta corrección se completa el pedido en 04 envíos posteriores, dando un total de 650 unidades.

Teniendo la totalidad de las unidades se hace un muestreo de todos los envíos y se realiza

el análisis de pureza química. Analizando el contenido de aluminio e impurezas reportadas y comparándolos con la bibliografía revisada (Cuadro N°1) [2] se elaboró la Tabla 2, en la cual se establece el tipo de aleación de aluminio normalizada empleada en la fabricación del insumo en mención.

Tabla 2. Resultados de pureza química.

N° Inf. de Análisis / Muestra	Fabricante / Año	% Pureza química Al	% Mn	Tipo Al empleado
1266 / Muestra lab. 3162 1268 / Antiguo 3164	SABRA / 2003	94.7 ± 1.4	0.0035 ± 0.0012	2XXX
1268 / Argentino 3166	Argentino / 1992	95.0 ± 1.8	0.0023 ± 0.0010	2XXX
1266 / Muestra lab. 3160 1268 / Nuevo 3165	SABRA / SET 2008	90.1 ± 2.5	1.1040 ± 0.0080	3XXX
1280	SABRA / Enero 2009	94.6 ± 4.1	0.0159 ± 0.0008	2XXX
1280-A	SABRA / Enero-Abril 2009	97.1 ± 3.0	0.0115 ± 0.0007	1XXX

El resultado del control de pureza química es Conforme: La lámina de aluminio empleada es del tipo 1XXX, correspondiendo al 1050 (clasificación internacional según la norma AISI-SAE).

Cuadro 1. Composición química de Aluminio tipos 1XXX, 2XXX, 3XXX.

Composición química EN AW-1050 (1XXX)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	V	Otros	Al
0.25	0.40	0.05	0.05	0.05	0.05	0.03	0.05	0.03	99.50

Composición química EN AW-2024 (2XXX)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros (c/uno)	Otros (en total)	Al
0.5	0.5	3.8 - 4.9	0.3 - 0.9	1.2 - 1.8	0.10	0.25	0.15	0.05	0.15	El resto

Composición química EN AW-3004 (3XXX)

Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Otros (c/uno)	Otros (en total)	Al
0.6	0.7	0.05 - 0.20	1.0 - 1.15	0.10	0.05	0.15	El resto

3.1.1 Inspección del OTAN (Licencia N° 4199.A2)

En el informe de inspección realizado por la Oficina Técnica de la Autoridad Nacional (OTAN) a la PPR, en marzo del año 2009, con relación a la Licencia N° 4199.A2 se

tiene la siguiente Disposición Transitoria D.01:

“D.01 En un plazo perentorio mejorar el sistema de protección en la celda de producción de ^{99m}Tc debido a la presencia de fotones energéticos (1778 keV) provenientes del ^{28}Si e informar a la OTAN de su cumplimiento”.

Al respecto, se informa lo siguiente: El inspector del OTAN, escribe la D.01 basado en las especificaciones técnicas de las cápsulas de aluminio, en las cuales en el tipo 1XXX (1050) y 2XXX (2024), el contenido de silicio (Si) permitido como valor máximo es 0.25 y 0.5 %, respectivamente.

Se le hace la siguiente aclaración a la OTAN: El ^{28}Si es un isótopo estable. El silicio natural, está compuesto por ^{28}Si , ^{29}Si , ^{30}Si , con las abundancias isotópicas de 92.2%; 4.7% y 3.1%, respectivamente, con lo cual habría la posibilidad de que en el RP-10 se produzca la reacción nuclear: $^{28}\text{Si} (n, p) ^{28}\text{Al}$. El ^{28}Al , es bastante energético, posee energías gammas de 1778.9 keV, pero su vida media es de 2.24 minutos, con lo cual al cabo de 10 vidas medias, es decir 22 minutos, ya no es radiológicamente significativo; por lo tanto, no se requiere mejorar el sistema de protección en la celda de producción de ^{99m}Tc , quedando levantada dicha D.01.

Cabe indicar además, que según la técnica de análisis por activación neutrónica, el límite menor de detección del Si (en mezclas o aleación) es de 0.5%, por esa razón, en los informes respectivos no se reportan tal elemento. Sin embargo, aun con esta restricción del límite de detección, si hubiera Si en estas concentraciones, se está cumpliendo con las exigencias de los tipos de aleación de aluminio normalizada 1XXX y 2XXX.

3.2 Sellado y prueba de estanqueidad

Los resultados fueron satisfactorios, no hubo fugas. El tipo de aluminio empleado, fue del tipo 1XXX.

Un análisis retrospectivo entre los años 1989 y 2007, nos permite identificar un promedio anual de fallas en alrededor del 3% en la soldadura de las cápsulas, siendo el tipo de aluminio empleado el 2XXX. Estas fallas se incrementan en un 4.4% en el tercer y cuarto trimestre del año 2008, siendo el aluminio

empleado del tipo 3XXX. El contenido de manganeso, expresado en porcentaje, según el tipo de aluminio 3XXX, 2XXX y 1XXX, respectivamente es el siguiente: 1.0 - 1.15; 0.3 - 0.9 y 0.05 [3,4]. En el sellado de las cápsulas con las tapas, influye mucho el contenido de Mn, debido a que este elemento es el que aporta la propiedad de dureza al aluminio, por lo tanto con el aluminio 3XXX, el porcentaje de fallas es mayor. Hasta la elaboración de este informe, empleando el aluminio tipo 1XXX, se tiene un reporte de 0 % de fallas en el sellado. El resultado de este control es Conforme.

3.3 Forma y dimensiones

La forma de las cápsulas son cilíndricas y el de las tapas circulares (Figura 1). El resultado de las mediciones realizadas a las 32 unidades se muestran en la Tabla 3. En las especificaciones técnicas iniciales de este insumo, el espesor de las cápsulas y tapas era de 2 mm, y debido a que el proveedor empleó una lámina de 1.5 mm se tuvo que modificar las nuevas especificaciones técnicas a 1.5 mm (Figura 2). Para validar este cambio se llevó a cabo un ensayo-probando que las cápsulas entren en la abridora de cápsulas de los recintos. El resultado del control de la forma y las dimensiones fue Conforme.



Figura 1. Forma de la cápsula y tapa de aluminio.

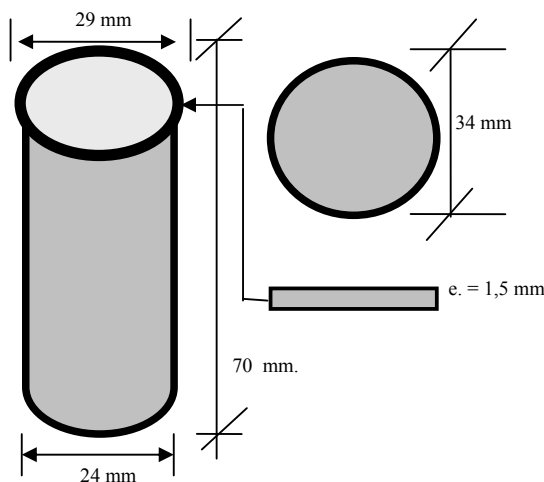


Figura 2. Dimensiones de la cápsula y tapa de aluminio.

Tabla 3. Mediciones de las dimensiones de las cápsulas y tapas de aluminio.

32 Muestras	CÁPSULAS					TAPAS	
	Altura (mm)	Ø externo boca (mm)	Ø interno boca (mm)	Ø externo base (mm)	Espesor pared (mm)	Ø (mm)	Espesor (mm)
Promedio	70.65	29.10	20.76	23.86	1.49	34.10	1.50
DESEST	0.12	0.02	0.29	0.02	0.03	0.00	0.02
MAX	71.00	29.15	21.10	23.90	1.60	34.10	1.60
MIN	70.40	29.05	20.00	23.80	1.40	34.10	1.50
Especificación	70 ± 1	29 ± 1	21 ± 1	24 ± 1	1.50 ± 0.5	34 ± 1	1.50 ± 0.5

3.4 Tasa de dosis en la celda RMI (Recepción de muestras irradiadas) del RP-10

En la operación de recepción de las muestras irradiadas, la tasa de dosis en la celda RMI del RP-10 debe ser ≤ 150 mR/h.

Los datos de las tasas de dosis obtenidos se muestran en la Tabla 4. En esos valores, hay que considerar el número de cápsulas totales recepcionadas. Por ejemplo, los días 06/10/08 y 10/11/08, en donde se obtienen valores > 1000 mR/h, se deben a que todas las muestras fueron preparadas en las cápsulas nuevas que fueron rechazadas, porque aún no habían sido controladas y aceptadas. En los otros días, donde se obtienen valores ≥ 150 mR/h, se debe a que una o más cápsulas, habían sido preparadas con anterioridad, empleándose las cápsulas rechazadas.

Posteriormente, entre el 17/11/08 y 26/01/09 se emplearon cápsulas pertenecientes al

Departamento de Química, de un envío realizado por el mismo proveedor, en el año 2003.

Desde el 26/01/09, donde se otorga la conformidad del control de pureza química de este insumo, hasta la fecha, no se ha reportado problemas con relación a la tasa de dosis en la celda RMI del RP-10.

El resultado de este control es Conforme.

Tabla 4. Reporte de la tasa de dosis en la celda RMI del RP-10 - recepción de las cápsulas de aluminio para la PPR.

Fecha	Cantidad cápsulas Mo-99	Cantidad cápsulas Teluro	Cantidad cápsulas Sm-153	Tasa de dosis en la celda RMI del RP-10 (mR/h)
01-09-08	04	02	01	160
08-09-08	04	02	01	155
15-09-08	04	01	01	118
22-09-08	04	02	01	320
29-09-08	04	02	01	15
06-10-08	04	02	01	>1000
13-10-08	04	02	01	980
20-10-08	04	02	01	540
27-10-08	04	01	01	185
03-11-08	04	02	-----	130
10-11-08	05	02	01	>1000
17-11-08	03	-----	-----	53
24-11-08	05	-----	-----	65
01-12-08	05	-----	-----	47
09-12-08	03	-----	01	130
22-12-08	03	-----	-----	30
29-12-08	04	-----	-----	45
05-01-09	03	-----	-----	35
12-01-09	03	-----	-----	10
19-01-09	05	-----	-----	40
26-01-09	04	-----	-----	7
02-02-09	04	-----	-----	530
09-02-09	04	-----	-----	58
16-02-09	04	-----	-----	42
23-02-09	04	02	01	295
02-03-09	05	-----	01	45
09-03-09	05	-----	01	36
16-03-09	04	-----	01	-----
23-03-09	04	02	01	60
30-03-09	04	01	01	38
06-04-09	04	01	01	47
13-04-09	04	01	01	66
20-04-09	04	02	01	60
27-04-09	04	02	01	61
04-05-09	04	02	01	70
11-05-09	04	01	01	52
18-05-09	05	01	01	60
25-05-09	05	02	01	60
01-06-09	05	02	01	100
08-06-09	05	02	01	98
15-06-09	05	02	01	70
22-06-09	05	02	01	65
30-06-09	05	01	-----	55

4. Conclusiones

Sobre la base de los resultados obtenidos, de pureza química y la tasa de dosis en la celda RMI del reactor RP-10, en la recepción de las cápsulas de aluminio para la PPR y analizando los tres tipos de aleación normalizada de aluminio, 1XXX, 2XXX y

3XXX, las cápsulas y tapas a ser empleadas en la PPR solo podían ser del tipo 1XXX ó 2XXX ($Al \geq 90,75\%$ y $Mn \leq 0.9\%$), según se estipuló en las especificaciones técnicas de este insumo, la ET001-PR20-PPR, Versión 1, denominada “Especificación técnica de las cápsulas y tapas de aluminio”. Sin embargo, teniendo en cuenta el porcentaje de fallas en el sellado y hermeticidad, la ET mencionada tuvo que modificarse, elaborándose la ET001-PR20-PPR, Versión 2, en la cual el aluminio a emplear debe ser del tipo 1XXX ($Al \geq 99\%$ y $Mn \leq 0.05\%$).

- La Disposición transitoria D.01, emitida por la OTAN a la PPR en marzo del año 2009, con relación a la Licencia N° 4199.A2 del 2009, queda levantada.
- Todos los controles realizados a este insumo dan como resultado Conforme, con lo cual se aprueba y libera.

5. Recomendaciones

Todo lote de este insumo que ingrese a la PPR, debe ser controlado según el Sistema de Calidad implementado en la PPR, para finalmente ser aprobado y liberado.

6. Agradecimientos

- Quím. Pablo Mendoza Hidalgo, de la Sección de Técnicas Analíticas Nucleares de la Dirección de INDE.

- Ing. Jesús Miranda Alzamora, responsable de la Sección de Irradiación, del Dpto. de Procesos – PPR.
- Ing. Victor Andrés Corahua Muñante, oficial de radioprotección del Área de Radioprotección – PPR.

7. Bibliografía

- [1] Comisión Nacional de Energía Atómica. Diseño de la cápsula y tapa de aluminio. Plano de PE01079932320400MP000. Buenos Aires: CNEA. [Informe interno].
- [2] Universidad Nacional de Misiones. Aluminio. [serie en Internet]. Consulta: nov 2009. Disponible en URL: <http://tabay.unam.edu.ar/aulavirtual/moodledata/8/Aluminio.pdf>
- [3] International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys – April 2006.
- [4] AISI-SAE (Instituto Americano de la Siderurgia, American Iron and Steel Institute - Sociedad de Ingenieros de Automoción, Society of Automotive Engineers). Supersedes: April 2006, Revised: February 2009.
- [5] Benites María. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Técnico 001-09. [Informe interno].