

00576

2

28



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO**

FACULTAD DE QUIMICA
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO
QUIMICA NUCLEAR

***“DETERMINACION DE ALGUNOS METALES EN
“JALES” DE LA MINA DE REAL DEL MONTE,
HGO., POR MEDIO DE ANALISIS POR
ACTIVACION NEUTRONICA”***

FALLA DE ORIGEN

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE :
MAESTRA EN CIENCIAS NUCLEARES

P R E S E N T A :

ALMA ESLAVA GOMEZ





UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

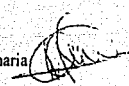
" Determinación de algunos metales en "Jales" de la mina de Real del Monte, Hgo., por medio de Análisis por Activación Neutrónica"

Jurado:

Presidente: Dr. Manuel Navarrete Tejero
Primer Vocal: Dra. Guillermina Burillo Amezcua
Secretario: Dr. Carlos Luis Longoria Gándara
Primer suplente: M. en C. Luis Cabrera Mosqueda
Suplente: M. en C. Jesús Soberón Mobarak.

Asesor: M. en C. Humberto Arriola Santamaria

Alumna: Alma Eslava Gómez.



Alma Eslava Gómez

AGRADECIMIENTOS.

Agradezco al Dr. Luis Carlos Longoria, del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, la ayuda prestada en el desarrollo de este trabajo, tanto a nivel experimental como en los consejos y discusión de la teoría en general.

INTRODUCCION.....	1
ABSTRACT.....	2
RESUMEN.....	3
1. RESEÑA HISTORICA.	4
1.1. LOCALIZACION GEOGRAFICA DE LA MINA REAL DEL MONTE PACHUCA.	6
2. PRINCIPIOS DEL ANALISIS POR ACTIVACION CON NEUTRONES.....	8
2.1. INTERACCION DE LA RADIACION GAMMA CON LA MATERIA.....	9
2.2. REACCIONES NUCLEARES CON NEUTRONES.....	13
2.3. FUENTES DE NEUTRONES.....	17
2.4. FLUJO TÉRMICO DE NEUTRONES Y SECCIÓN EFICAZ.....	18
2.5. PRODUCCIÓN DE NEUTRONES EN UN REACTOR NUCLEAR.....	20
2.6. CARACTERISTICAS DEL REACTOR TRIGA MARK III.....	24
3. INSTRUMENTACION.....	28
3.1. DETECTOR DE CENTELLEO.....	28
3.2. DETECTOR DE ESTADO SOLIDO.....	31
3.3. PREAMPLIFICADOR.....	34
3.4. AMPLIFICADOR.....	35
3.5. FUENTE DE ALTO VOLTAJE.....	35
3.6. MONOCANAL.....	35
3.7. MULTICANAL.....	36
3.8. TECNICAS DE CONTEO Y CORRECCIONES.....	37
3.9. FACTOR DE RETRODISPERSION (F _B).....	40
3.10. TIEMPO MUERTO O PERDIDA POR COINCIDENCIA.....	42
3.11. ABSORCIÓN Y DISPERSION EN LA VENTANA DEL CONTADOR Y EL AIRE Fw.....	42
3.12. AUTOABSORCION DE LA MUESTRA (F _s).....	43
4. METODO DE EXTRACCION DE METALES EN MINERALES.....	45
5. METODO EXPERIMENTAL.....	50
5.1 METODO DE PRECONCENTRACION DE LA MUESTRA.....	51
5.2 PREPARACION DE LA MUESTRA.....	52
5.3 CONDICIONES DE IRRADIACION.....	53
5.4 CALIBRACION Y EFICIENCIA DEL EQUIPO.....	55
6. RESULTADOS.....	62
7. REFERENCIAS.....	72

INTRODUCCION.

México ha sido el principal productor de plata en el mundo por cientos de años lo cual ha dejado aparte de otros resultados, una gran cantidad de arenas residuales de los minerales a los cuales se les extrajo la plata:

Solamente en la mina "Real del Monte", que se encuentra ubicada en Pachuca, Hgo., existe un depósito de estos residuos de aproximadamente 10⁸ toneladas.

Debido a esto se pensó en hacer un análisis de estos residuos, especialmente de algunos metales asociados a la plata para ver si existe un interés económico para su explotación.

Es importante entender que, aun encontrando concentraciones relativamente bajas comparadas con las concentraciones en una mina, podría ser que su explotación sea factible, debido a que se encuentran almacenadas en forma de cerros y se podrían evitar gastos como: minar si es necesario, hacer caminos, etc.

Se sabe que las concentraciones de estos minerales en metales es de partes por millón por lo que no es fácil el análisis por métodos convencionales así que se usó Análisis por Activación con Neutrones, que es el método mas sensible con la seguridad de obtener resultados satisfactorios.

ABSTRACT.

This work is a qualitative and quantitative analysis of some metals which are present in "jales". These jales belong to the Real del Monte mine, situated in Pachuca at the state of Hidalgo.

Jale is the residual of a mineral after the metal has been extracted. In this case the extracted metal was silver.

In Pachuca, it is estimated that there are approximately 107,659,225 tons of jales [1], which has been accumulated ever since the conquest of Mexico in 1521. At that time the methods of metal extraction were not as efficient as now, and the amount of metals remaining were high. At present, the amounts of metals in the jales are unknown, and a quantitative analysis could maybe indicate whether it could be convenient to extract the residual metals from these jales, even though the concentrations of the metals in jales were lower than the concentrations in minerals. Also, the cost of opening a new mine can be quite high, whereas the residual metals are directly accessible from the garbage deposits.

The result of this work gives an idea of the concentrations of metals in other jales from different states, because the mining exploitation was initiated at the same time in Taxco, Zacatecas, Chihuahua, Guanajuato and San Luis Potosi.

RESUMEN

El trabajo a desarrollar consiste en el análisis cuantitativo y cualitativo de algunos metales presentes en los jales pertenecientes a la mina Real del Monte, ubicada en el estado de Pachuca, Hidalgo.

Jale se le llama a todo el residuo del mineral procesado del cual se extrajeron los metales de interés; en este caso el metal extraído es la plata.

En Pachuca se estima que existen 107,659,225 toneladas de jales[1], las cuales han sido acumuladas desde la conquista de México, debido a que en esa época los métodos de extracción no eran tan eficientes como ahora, la cantidad de metales remanentes en los jales es alta. En la actualidad se desconoce la concentración de metales en los jales, y es posible que teniendo el análisis cuantitativo de dichos jales sea rentable extraer los metales de los jales, ya que aun siendo las concentraciones bajas, se evitan los gastos que se llevan a cabo al empezar a explotar una mina, por mencionar algunos: minar para tener la profundidad deseada para la extracción del mineral, caminos de acceso, medios de transporte del mineral, etc.

El resultado de este trabajo da una idea de que concentración de metales se encuentran en jales de otros estados, ya que la explotación de los minerales se iniciaron por los mismos años en Taxco, Zacatecas, Chihuahua, Guanajuato, San Luis Potosí.

1. RESEÑA HISTORICA.

Durante tres siglos las minas de Nueva España fueron las principales minas que abastecían los mercados del Viejo Mundo, y puede decirse que la mayor parte de plata que circulaba en Europa, hasta la primera mitad del siglo fue sacada del subsuelo de México.

La explotación de las minas fue totalmente desconocida por los indígenas, pero con la llegada de los españoles [2], la cultura mexicana experimentó repentinamente un cambio profundo. Los conquistadores, amaestrados en su patria en los trabajos de minería, establecieron minas nuevas. A medida que progresaban en la conquista del nuevo territorio seguían descubriendo vetas nuevas, las que daban origen al fomento de empresas mineras.

En 1548 fue el año inicial para la minería en México, pues en este año se descubren las minas de plata de Santa Bárbara, La Prieta en Parral y San Francisco del Oro en el Estado de Chihuahua.

La historia de la mina Real del Monte se divide en cinco periodos:

1.- Los primeros 200 años después de la Conquista y parte de la colonización en 1528.

A pesar que los años 1552 y 1557 salen de este periodo son los primeros datos específicos que se reportan sobre la explotación de las minas pertenecientes al Real del Monte.

En 1552 se iniciaron los primeros trabajos en la veta del Rosario en el distrito minero de Real del Monte, del Estado de Pachuca, Hidalgo.

En 1557 Bartolomé de Medina inventó el procedimiento llamado "de patio", para la extracción de los minerales en la mina la Purísima de Pachuca Hidalgo. El procedimiento usado antes para la extracción del oro y la plata era el de fundición con plomo: en el nuevo procedimiento, los metales se trataban con sales de cobre y después con mercurio (azogue) hasta extraer los metales nobles o ricos. Por medio de la amalgama se obtenía puro el metal fino.

2.- El periodo definido como el gran proyecto del drenaje (1738) a la guerra de Independencia (1810).

En 1762 se registra la bonanza de las minas de Real del Monte. El descubridor de este depósito de riquezas fue D. Pedro Romero de Terreros.

En 1802 se conocen los yacimientos de los ópalos de fuego, en Zimapan del estado de Pachuca, ya se conocían estos yacimientos, pero a partir de esta fecha se hizo la explotación sistemática.

3.- El periodo de modernización, bajo la administración sucesiva de compañías inglesas, mexicanas y americanas las cuales duraron hasta 1906.

4.- El periodo de privatización de 1906 a 1946.

5.- La extensión productiva bajo el control del gobierno mexicano de 1947 hasta 1990, cuando las minas nuevamente entraron al control privado.

Con los datos anteriores se puede uno imaginar la enorme cantidad de jales, y debido a que los métodos de extracción que se utilizaban en esos años no eran eficientes, la concentración de metales en jales es alta.

En la actualidad existe una cantidad de jales pertenecientes a la mina Real del Monte de Pachuca estimada en 107,659,225 toneladas .

1.1. LOCALIZACION GEOGRAFICA DE LA MINA REAL DEL MONTE PACHUCA.

La Región de Actopan esta localizada en la parte sur central del estado de Hidalgo a $99^{\circ}14'42''$ E y $20^{\circ}14'25''$ N [1]. Esta región se divide principalmente en 2 áreas, ricas en minerales: a) la primera localizada al NE del mineral del Chico con una área de 10 km^2 , donde hay varias minas tales como el Chico, Capula, San Juan Gallo, Panales, Plomosas, Mar del Plata, Santamaria y la Trinidad. b) Al sur de esta región, 93 km NE de la Ciudad de México (Latitud Norte de $20^{\circ}15'$ a $20^{\circ}21'$ y Longitud oeste de $98^{\circ}30'$ a $98^{\circ}50'$), se localiza una zona de 6 km^2 la cual corresponde directamente a la compañía minera Real del Monte, las principales minas en esta área son: San Juan Pachuca, El Álamo, Purísima Concepción y San José de la Rica.

Los metales existentes en el mineral son principalmente plata, plomo, zinc, cobre en forma de sulfuros y oro. Las concentraciones de dichos metales varían de un lugar a otro, sin embargo, en promedio el contenido de plata es de 200 g/ton, y 1 g/ton de oro, y en algunos casos la concentración de plata puede llegar a ser de 1500g/ton.

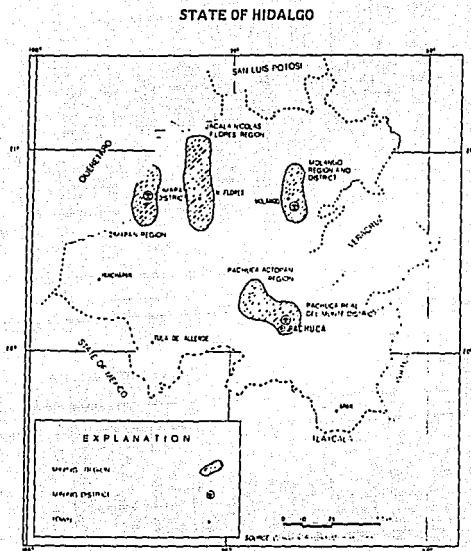


Fig. 4.1 a) Localización de la Cta. Real de Monte

2. PRINCIPIOS DEL ANALISIS POR ACTIVACION CON NEUTRONES.

El Análisis por Activación con Neutrones (NAA) es el más común de los análisis por activación. En el análisis por activación con neutrones, los neutrones son las partículas que excitan al núcleo hasta un nivel energético más alto, posteriormente regresa a su estado estable emitiendo radiación característica del elemento activado.

La mayoría de las aplicaciones, se hacen analizando la radiación gamma retardada del producto radiactivo que es detectada después de la activación. Otro método de análisis por activación es el llamado Análisis por Activación con Neutrones por Rayos Gamma Inmediatos o Análisis por Activación con Neutrones por Rayos Gamma de Captura (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation), en este método los rayos gamma emitidos inmediatamente por el núcleo compuesto (en un tiempo menor a 10^{-14} s) son los detectados para el análisis.

Las técnicas de activación con neutrones, se dividen regularmente en tres grupos:

- a) Si la muestra a analizar no requiere tratamiento químico, el proceso es conocido como Análisis Instrumental por Activación con Neutrones.
- b) Si el tratamiento químico es hecho después de la irradiación, el método se llama Análisis Radioquímico por Activación con Neutrones.
- c) Si existe un tratamiento químico antes de la irradiación se le llama Análisis Químico por Activación con Neutrones [3].

Generalmente al Análisis Químico por Activación con Neutrones, se conoce como Análisis por Activación con Neutrones [4], en esta técnica además de irradiar la muestra con un flujo de neutrones y posteriormente medir la cantidad de radiación y emitida por la muestra.

existe otro paso importante que es el identificar la energía de la radiación y asociarla al elemento al cual pertenece.

La actividad absoluta, (A), en una muestra debido a los elementos irradiados con un flujo de neutrones (ϕ), durante un determinado tiempo, (t_i), la cual será medida en otro intervalo de tiempo (t_d) se determina con la siguiente ecuación.

$$A = \phi \sigma \frac{Ab.Is.N_{Av}m(1 - e^{-\lambda t_i}) e^{-\lambda t_d} (1 - e^{-\lambda t_d})}{M}$$

donde σ la sección eficaz, λ la constante de decaimiento, t_i tiempo de enfriamiento, $Ab.Is.$, abundancia isotópica del elemento, m la masa de la muestra en gramos, N_{Av} el número de Avogadro, M el peso atómico del elemento. La relación $Ab.Is.mN_{Av}/M$ es el número total de átomos del elemento de interés en la muestra.

2.1. INTERACCIÓN DE LA RADIACIÓN GAMMA CON LA MATERIA.

Existen numerosos procesos por los cuales los rayos gamma pueden interactuar con la materia y perder energía. Los rayos emitidos por decaimiento gamma tienen energías en un intervalo de 0.01 a 10 MeV.

Los procesos más comunes por los cuales los fotones pueden perder energía debido a la interacción con la materia son:

- a) Efecto fotoeléctrico
- b) Efecto Compton
- c) Producción de pares

- d) **Dispersión Raleigh**
- e) **Dispersión Thompson**
- f) **Efecto nuclear fotoeléctrico**
- g) **Dispersión nuclear resonante**
- h) **Dispersión elástica por el potencial-nuclear.**

Los primeros tres procesos son los mas importantes, por lo que se discutirán con mas detalle, del inciso d al h solo se mencionaran a continuación.

Dispersión Raleigh. Esta distribución es muy conocida con el nombre de dispersión elástica. Este proceso se lleva a cabo, cuando el fotón incidente choca con los electrones proporcionando toda su energia, pero esta cantidad no es suficiente para sacar al electrón de su órbita.

Dispersión Thompson. Este proceso se conoce también, como Dispersión Nuclear Compton, pero en lugar de que el fotón choque con un electrón libre, lo hace con el núcleo. Debido a que la masa del núcleo es más grande que el electrón, este efecto es muy pequeño.

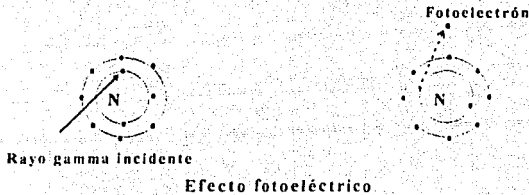
Efecto Nuclear Fotoeléctrico. En este proceso el núcleo es excitado por la absorción de un fotón y incidente, el fotón tiene una cantidad de energia, igual a la diferencia entre los dos niveles nucleares de donde proviene. Posteriormente el núcleo se desexcita, emitiendo a su vez un fotón, a este proceso se le conoce como efecto Mössbauer.

Dispersión elástica por el potencial nuclear. La dispersión de un fotón es causada por el campo electromagnético del núcleo.

Efecto Fotoeléctrico. El efecto fotoeléctrico es una de las principales formas en las que la radiación gamma pierde energía. Este proceso se lleva a cabo cuando un rayo gamma proveniente del átomo excitado, incide sobre los electrones de otro átomo, el rayo desaparece cediendo toda la energía al electrón, este último abandona la órbita con cierta cantidad de energía cinética, la que depende de la energía incidente y de la capa donde se encuentre. El origen mas probable del fotoelectrón (electrón que abandona la órbita) son las capas interiores, K y L. La energía resultante del fotoelectrón esta dada por:

$$E_e = h\nu - E_b$$

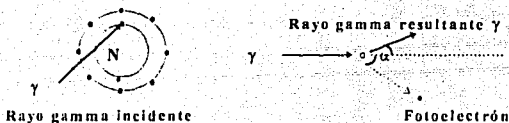
donde E_e es la energía del fotoelectrón, E_b la energía de enlace del electrón de la capa donde se origina el fotoelectrón, h es la constante de Planck y ν es la frecuencia correspondiente al fotón incidente



Después de la salida del fotoelectrón las capas electrónicas del átomo del cual salió el fotoelectrón se rearreglan emitiendo rayos X característicos de cada átomo, éstos rayos X en su camino, a su vez producen mas ionizaciones y excitaciones en otros átomos que pueden dar origen a nuevos rayos X de menor energía. En algunos casos las

emisiones secundarias pueden ser electrones Auger; estos electrones Auger, son fotoelectrones provenientes generalmente de órbitas exteriores, que son expulsados de su origen por un fotón de las órbitas cercanas al núcleo.

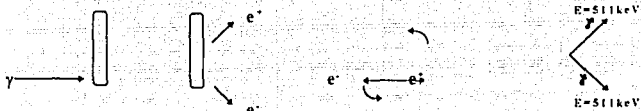
Efecto Compton. Es el proceso por el cual el fotón pierde solo parte de su energía al interactuar con la materia. En este proceso un fotón gamma incide sobre un electrón cediéndole parte de su energía y además emitiendo un rayo gamma de menor energía con un ángulo α de desviación. La relación entre la energía perdida por el fotón incidente y el ángulo resultante puede ser estudiada con las condiciones relativistas de la conservación de momento y energía.



Efecto Compton

Producción de Pares. Se le llama al proceso en el cual hay una creación de un par positrón-electrón debido a la interacción de la materia con un fotón de energía mayor a 1.02 MeV. Si el rayo gamma incidente excede el doble de la energía equivalente de la masa del electrón, el proceso es energéticamente posible. La descripción física del proceso es de la siguiente manera: interacciona un fotón con el

campo nuclear intenso, desapareciendo el fotón y produciendo dos partículas (e^+, e^-), por choques coulombianos estas partículas pierden su energía, el electrón es absorbido por el medio, pero el positrón, que en condiciones normales no es estable en la naturaleza, se asocia con un electrón, posteriormente empiezan a girar alrededor del centro de la masa, y en un tiempo muy corto, se atraen y aniquilan, emitiendo rayos γ de 511 keV, en dirección opuesta (por conservación de momento), cualquier energía de mas, proviene del exceso de energía del fotón original



Producción de pares

2.2. REACCIONES NUCLEARES CON NEUTRONES.

Generalmente se divide a los neutrones en tres grupos: a) neutrones lentos. b) neutrones térmicos y c) neutrones rápidos. Esta división se hace de acuerdo a la energía cinética del neutrón. La fórmula de la energía cinética (E) es:

$$E = \frac{1}{2}mv^2$$

donde: m es la masa del neutrón y v la velocidad del neutrón.

Si E esta dada en eV entonces la fórmula se expresa como:

$$E = 5.21 \cdot 10^{-9} v^2.$$

Otra división es la siguiente: los neutrones de $E < 1000 \text{ eV}$ son los neutrones lentos, los neutrones de energía intermedia entre 1 keV y 500 keV y los neutrones rápidos entre 0.5 MeV y 20 MeV.

Cuando uno de estos neutrones interacciona con un núcleo puede ocurrir una reacción nuclear, los tipos de reacciones que ocurren son: reacciones con núcleos compuestos o reacciones directas.

Las reacciones nucleares que forman núcleos compuestos se llevan a cabo cuando un neutrón reacciona con un núcleo formando un núcleo compuesto de vida $> 10^{-17} \text{ s}$, el núcleo compuesto se encuentra en un estado de excitación, la energía de excitación corresponde a la suma de la energía cinética del neutrón más la energía de enlace del neutrón de captura.

Ahora el núcleo se encuentra en un estado excitado y por la misma naturaleza tiende a un estado fundamental, debe desexcitarse, la desexcitación del núcleo puede ocurrir por diferentes caminos [7]:

a) Puede emitirse un neutrón con la misma cantidad de energía que el neutrón originalmente capturado. A este proceso se le conoce como reacción elástica.

Si el neutrón emitido es de energía menor que el original se le conoce como reacción inelástica.

b) El núcleo puede desexcitarse por la emisión de rayos γ . A este fenómeno se le conoce como captura radiativa o reacción (n, γ) .

c) Para altas energías de excitación, el núcleo compuesto puede emitir partículas cargadas o 2 neutrones $[(n, \alpha), (n, p), (n, np), (n, 2n)]$.

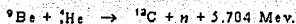
Partículas cargadas son aquellas de masa mayor o igual a la masa del electrón.

d) Finalmente la fisión que ocurre con elementos de masa atómica grande.

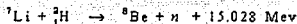
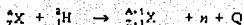
Las reacciones directas son las reacciones que suceden directamente, es decir, sin la formación del núcleo compuesto.

Algunos ejemplos de reacciones nucleares son las siguientes:

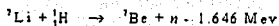
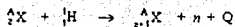
Reacciones (α, n).



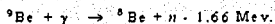
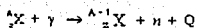
Reacciones (d, n).



Reacciones (p, n).



Reacciones (γ, n).



La letra Q indica la diferencia de la energía cinética antes y después de la reacción, el incremento de la energía cinética después de la reacción corresponde al decremento de la masa inicial (antes de la reacción), y viceversa.

La energía neta es llamada energía de desintegración o valor de Q. Si el valor de $Q > 0$ implica que es una reacción exotérmica, y si $Q < 0$ es una reacción endotérmica.

2.3. FUENTES DE NEUTRONES.

Debido a que los neutrones por su corta vida no se encuentran libres en la naturaleza, existe la necesidad de producirlos artificialmente.

Un método muy simple consiste en la separación de los neutrones del núcleo que los alberga; existen diferentes reacciones para la producción de neutrones. En tales reacciones el núcleo compuesto excitado (debido a la suma de energía de enlace y la energía cinética de los proyectiles que son previamente formados por bombardeo al núcleo blanco con partículas alfa, protones, deuterones o rayos γ) emite un neutrón. Si la energía de excitación es más grande que la energía de enlace del neutrón en el núcleo compuesto, entonces el neutrón es espontáneamente expulsado. El residuo de la energía cinética se reparte entre el neutrón saliente y el núcleo residual. El núcleo residual puede quedar excitado, por lo que posteriormente puede emitir rayos γ y para regresar al estado fundamental.

Fuente de neutrones de fisión.

Algunos de los núcleos atómicos de elementos de masa atómica grande pueden decaer por fisión. En el proceso de fisión los neutrones se producen espontáneamente, debido a este hecho los núcleos pesados pueden ser usados como fuentes de neutrones. En la tabla 1.1 se muestran algunos ejemplos de estas fuentes de elementos transuránidos, a excepción del ^{252}Cf , todos los demás núcleos son emisores α . Cuando se observan los espectros de dichas fuentes de neutrones, muestran contribuciones de neutrones que se producen por reacciones (α, n) de impurezas

Tabla 1.1 Elementos de fisión

Núcleo	Vida media	Part.α por fisión	Neutrones fisión.	N/ mg. s.
^{235}Pu	2.58 años	$1.3 * 10^9$	1.9	26
^{238}Pu	89.4 años	$5.5 * 10^6$	2.0	2.2
^{239}Pu	6600 años	$1.9 * 10^7$	2.1	1.1
^{242}Pu	$3.79 * 10^5$ años	$1.9 * 10^5$	2.3	1.7
^{242}Cm	162.5 días	$1.6 * 10^7$	2.3	$1.7 * 10^4$
^{244}Cm	18.4 años	$7.6 * 10^5$	2.6	$9 * 10^3$
^{252}Cf	2.6 años		3.5	$2.7 * 10^9$

2.4. FLUJO TÉRMICO DE NEUTRONES Y SECCIÓN EFICAZ.

El flujo de neutrones ($n/\text{cm}^2\text{s}$) es el producto de la densidad de neutrones (n/cm^3) y la velocidad de los mismos (cm/s). Debido a que el flujo por si solo no tiene ningún significado, es necesario conocer la distribución de densidad de neutrones, n , con respecto a la velocidad (o energía). En el caso del equilibrio térmico, esta distribución es descrita usando la Distribución Maxwell-Boltzman. El término "flujo=2200 m/s " significa una distribución Maxwelliana a una temperatura de 20°C . Este valor es el flujo más probable, el cual es igual a $0.707 v_0$, donde v_0 es la velocidad de neutrones más probable en una distribución Maxwelliana.

La sección eficaz para una interacción neutrónica, es la probabilidad de que se lleve a cabo una reacción nuclear en el núcleo, y generalmente depende de la velocidad del neutrón o sea de la energía del mismo.

Si la energía de la cual depende la sección eficaz es conocida, el número de neutrones que interaccionan con un núcleo se calcula con la integral del flujo de neutrones sobre todo el intervalo de energía de los neutrones.

$$R = \int \sigma(v) \cdot v \cdot n(v) \cdot dv$$

Donde $n(v)$ es la distribución de neutrones térmicos con respecto a la velocidad, v la velocidad de los neutrones, $\sigma(v)$ la velocidad de la cual depende la sección eficaz, R el número total de reacciones de los neutrones térmicos por unidad de tiempo.

Si la sección eficaz varía como $1/v$, entonces en la ecuación anterior se observa que R es proporcional solamente al número total de neutrones, n , por unidad de tiempo y por unidad de volumen.

En el trabajo experimental existen distintos métodos para medir el flujo de neutrones térmicos de los datos obtenidos de la activación de una muestra. El método más conveniente es usar una constante C , la cual relaciona el flujo y la actividad medida, por ejemplo:

$$\phi = CA$$

donde ϕ = flujo de neutrones, C = constante de correlación, A = actividad.

La constante C es la constante de proporcionalidad, ésta se obtiene al irradiar una muestra de composición completamente conocida o irradiando muestras estándares y después hacer la calibración de los contadores que van a ser utilizados.

La fórmula que relaciona todos los parámetros anteriormente mencionados es la siguiente:

$$R(x) = \frac{\lambda M(x) e^{\lambda T_w}}{(1 - e^{-\lambda T_c}) (1 - e^{-\lambda T_c})}$$

donde; x , es la variable que describe la posición, $R(x)$ cuentas totales después de la irradiación, $M(x)$ número de medidas en el intervalo de tiempo de conteo, T_c intervalo de tiempo de conteo, T_w tiempo de irradiación, λ constante de decaimiento.

Se debe tomar un conteo de fondo antes y después de la irradiación de la muestra, este fondo se le debe restar a $R(x)$, el número total de cuentas y debe coincidir con las cuentas totales obtenidas con $A(x)$, esto es:

$$A(x) = [R(x) (\text{corrección de pérdida de coincidencia})] - [\text{fondo}]$$

2.5. PRODUCCIÓN DE NEUTRONES EN UN REACTOR NUCLEAR.

Si se considera que un reactor típico de investigación con una potencia de 10 MW libera aproximadamente una energía de 200 MeV en una sola fisión, y ocurren cerca de $3 \cdot 10^{11}$ fisiones en un segundo, en cada fisión se producen 2.5 neutrones, por lo tanto, el reactor produce aproximadamente $7.5 \cdot 10^{11}$ neutrones por segundo.

El propósito en esta sección es explicar los tipos más importantes de radiación en los reactores de investigación y no el funcionamiento de ellos.

La radiación en el interior de un reactor esta caracterizada por un flujo de neutrones. Los neutrones en este reactor tienen una distribución de energías en un intervalo de 0.001 eV a 10 MeV, como se mencionó anteriormente, los neutrones se pueden dividir en tres tipos, lo mismo sucede con las regiones de irradiación, se dividen de acuerdo a la energía de los neutrones, y se tiene la región de neutrones rápidos $E > 0.5 \text{ MeV}$, región de neutrones epitérmicos $0.2 \text{ eV} < E < 0.5 \text{ MeV}$ son los neutrones que van perdiendo energía debido a las colisiones con la substancia moderadora, y por último la región de neutrones térmicos, donde los neutrones se acercan a un equilibrio termodinámico con el movimiento térmico de los átomos del moderador.

La división es muy superficial, y en un espectro que presente los tres tipos de energía es muy fácil observar desviaciones en las divisiones de las energías, sin embargo, para propósitos de orientación esta división es adecuada.

La intensidad de cada tipo de radiación depende del punto dentro del reactor que se considere, el tipo de reactor y la potencia con la cual es operado. Con respecto a la distribución espacial, se puede decir que el flujo máximo se encuentra a la mitad de la zona activa y decrece rápidamente cuando se acerca a la superficie. Otro factor del cual depende el flujo de neutrones es el moderador. Generalmente se utiliza agua como moderador:

a) Reactor de investigación con moderador de agua pesada y combustible de uranio natural. En la figura 1.4.1 se muestra un diagrama del reactor de investigación de Karlsruhe FR-2 [7].

b) Reactor de investigación con moderador de agua ligera y combustible de uranio enriquecido. En la figura 1.4.1 se muestra el diagrama del Reactor Nacional para pruebas de, Arco, Idaho [7].

En la tabla 1.2 se muestran los valores del flujo máximo de neutrones a la mitad de la zona activa de los dos reactores operando con la misma potencia de 10 Mw.

Con los valores de la tabla 1.2 se observa que el flujo depende del tamaño, moderador y del combustible del reactor. Los valores mas altos son los del reactor b, esto se debe a que los reactores que utilizan como moderador el agua ligera y combustible enriquecido tienen una zona activa mas pequeña que los de moderador de agua pesada y combustible de uranio natural; esto es, la densidad de potencia es alta y como consecuencia la densidad de radiación también.

Tabla 1.2 Niveles de radiación en reactores típicos de investigación.

tipo	$\phi_T(\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$	$\phi_{epi}(\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$	$\phi_{ter}(\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$	$\phi_\gamma(\text{Mev})$
a	$2 \cdot 10^{12}$	10^{12}	$3 \cdot 10^{13}$	10^{12}
b	$\cdot 10^{14}$	10^{13}	$\cdot 10^{14}$	$5 \cdot 10^{13}$

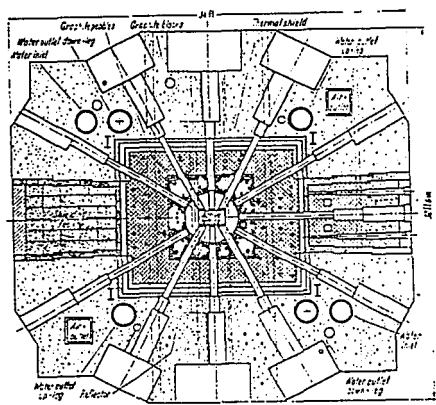
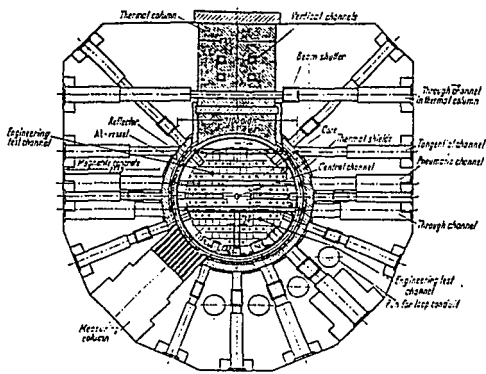


Fig 1.4.1 a) Reactor de investigaci3n Karlsruhe, b) Reactor de investigaci3n Arco, Idaho

La tabla 1.2 también contiene datos de un flujo de radiación y en MeV/cm² s. Parte de esta radiación se produce en el proceso de fisión, parte en el proceso de captura de neutrones de los materiales estructurales y parte procede de los hijos radiactivos de los productos de la fisión.

2.6. CARACTERISTICAS DEL REACTOR TRIGA MARK III.

El reactor TRIGA MARK III es un reactor de investigación de tipo piscina enfriado con agua ligera que utiliza dos tipos de elementos combustible-moderador de U-Zr H₂O, el enriquecimiento del Uranio-235 es del 20% para el estándar y 70 % para el FLIP [9]. El reactor opera rutinariamente en estado estacionario a niveles de potencia térmica de hasta 1 MW y puede ser pulsado hasta potencias pico del orden de 2 MW.

Para el arranque del reactor es necesaria una fuente de neutrones que consiste en una mezcla de americio-berilio con una actividad de $102.86 \cdot 10^6$ Bq (2.78 Ci) para suministrar el nivel necesario de neutrones durante el arranque del reactor. La fuente es de forma cilíndrica y tiene doble encapsulado para asegurar que no ocurra alguna fuga.

La fuente de americio-berilio produce neutrones por la siguiente reacción

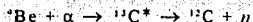


Tabla 1.3 Principales parámetros del reactor TRIGA MARK III

Material del combustible moderador	U-Zn H _{1,7}
Contenido de Uranio	8.5% en peso
Enriquecimiento de ²³⁵ U estándar	20%
Enriquecimiento de ²³⁵ U FLIP	70%
Longitud del elemento combustible	38.1 cm
Diámetro del elemento combustible	3.63 cm
Número de barras de control	4
Absorbedor de neutrones	B,C

El núcleo del reactor opera cerca del fondo de la piscina y ésta suspendido de un puente móvil que viaja en sentido longitudinal de la misma; ésto se muestra en la figura 1.5.1.

En la figura 1.5.2, se observan un total de 127 posiciones en las placas (126 en seis anillos concéntricos alrededor de un agujero central) disponibles para los componentes del núcleo.

Cada posición se identifica por una combinación letra número. El ensamble del sistema neumático (SINCA Sistema neumático para irradiación de cápsulas) esta insertado en una de las posiciones que no tienen elementos combustibles y se ocupan con elementos de grafito. El centro de la región activa del combustible está a 94 cm del fondo de la piscina.

Algunos bloques espaciados en forma triangular en el extremo superior de los elementos combustibles están localizados en las perforaciones de la placa superior de manera que permita al agua fluir desde el núcleo a través de la placa superior.

La piscina del reactor, el núcleo y las instalaciones experimentales están rodeadas por una estructura de blindaje de

concreto que se eleva hasta 7.90 m sobre el piso del cuarto del reactor. La estructura en su conjunto ocupa un área de 9.80 m de ancho por 17.40 m de largo. En la plataforma superior del blindaje del reactor existe una plataforma de circulación rodeada por un barandal metálico.

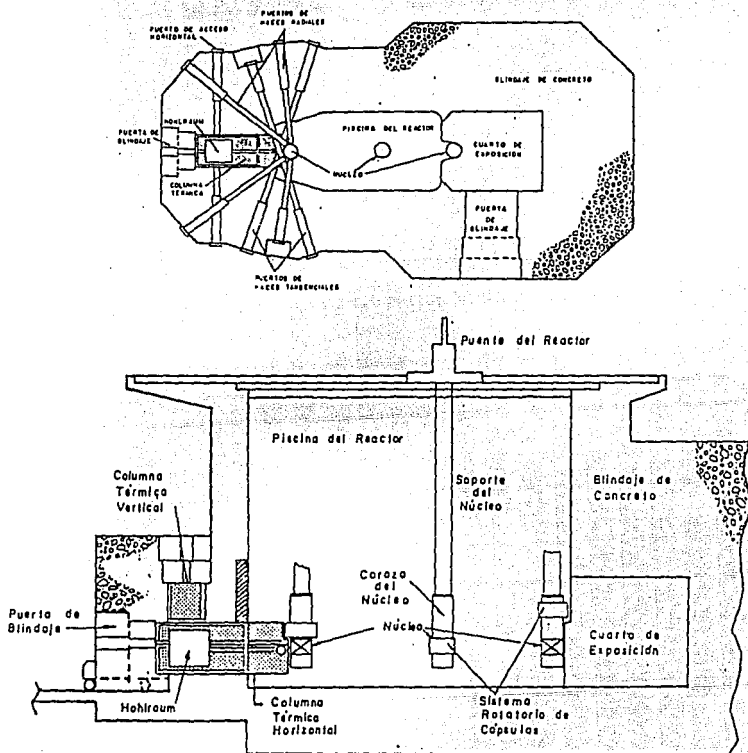


fig 1.3.1 Vista transversal del reactor TRIGA MARK III (ININ).

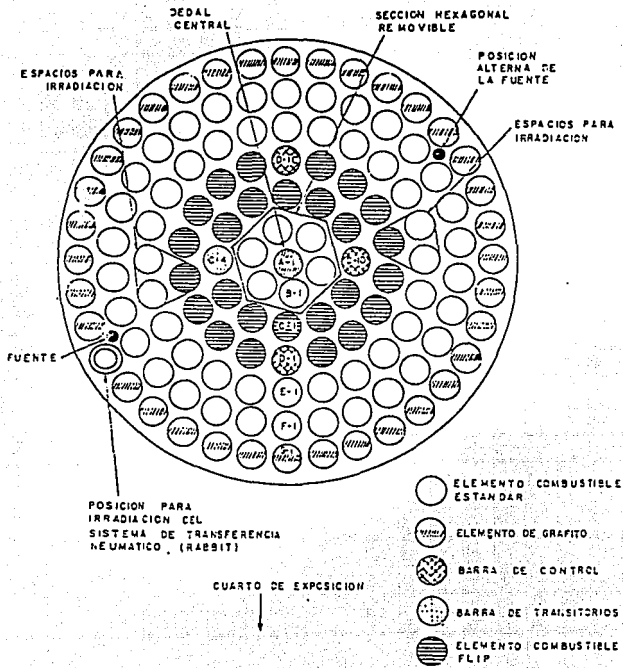


Fig. 1.5.2 Configuración del núcleo del reactor TRIGA MARK III

3. INSTRUMENTACION.

La instrumentación en los análisis que se llevan a cabo por técnicas nucleares es importante, debido a que se debe tener una buena idea de cuales son las energías e intensidades de las radiaciones emitidas, así como también cual es la función que desempeña cada módulo del espectrómetro.

El equipo usado en este análisis es un espectrómetro gamma; cualquier espectrómetro de este tipo consiste en: detector, fuente de alto voltaje, preamplificador, amplificador, monocanal o multicanal y un equipo de salida de datos (PC). Fig 2.1.

3.1. DETECTOR DE CENTELLEO.

La interacción de la radiación con un material centellador es la forma por la que regularmente se produce ionización y excitación atómica o molecular. Sin embargo, los detectores de centelleo no se basan en la medida directa de las señales eléctricas de los pares iónicos producidos por la absorción de la radiación del medio sino que los átomos excitados o moléculas bajo des-excitación emiten un fotón de luz, y esta luz pasa a través del material centellador, después pasa a través de un tubo fotomultiplicador, el cual convierte la luz a una señal eléctrica y por último la señal es procesada electrónicamente.

Con esta explicación sencilla, se puede decir que las propiedades de un buen material son[2]:

a) Debe poseer una estructura molecular cristalina, para que el paso de la radiación interaccione de igual forma en cualquier dirección

y la luz emitida tenga las mismas características. La luz emitida se llama luminiscencia.

b) La luz debe pasar a través del material con el que va a ser detectada, así que el material luminiscente debe ser ópticamente transparente a la longitud de onda de la luz generada.

c) La sustancia no debe mostrar fosforescencia, sino fluorescencia que es cuando la luz se emite y desaparece rápidamente, la fosforescencia es cuando el material permanece un tiempo largo emitiendo luz.

d) Los materiales centelladores deben tener propiedades físicas adecuadas, deben ser estables químicamente y no ser higroscópicos.

Los materiales centelladores se dividen en dos grupos: inorgánicos y orgánicos.

Para los materiales de centelleo orgánicos la emisión de luz ocurre como resultado de las transiciones dentro de las moléculas individuales, por lo que la estructura cristalina de dichos materiales no es relevante y en este caso pueden ser sólidos o líquidos.

Tabla 2.1 Ejemplos de detectores de centelleo.

Inorgánicos	Orgánicos
NaI(Tl)	Antraceno
CsI(Tl)	Etilbenceno
LiI(Tl)	
CsF	
Bi ₂ Ge ₂ O ₇	

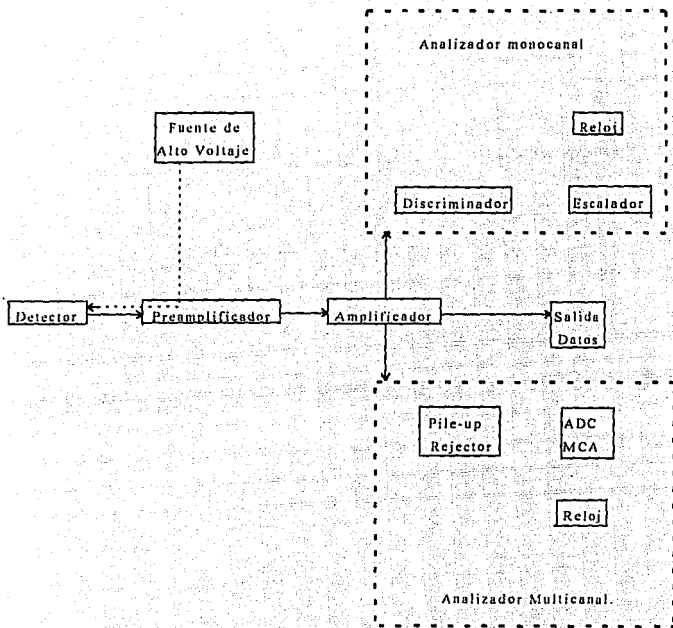


Fig 2.1 Diagrama electrónico de un sistema de conteo configurado para el análisis de altura de pulsos. La salida del amplificador puede ser enviada a un monocanal o a un multicanal.

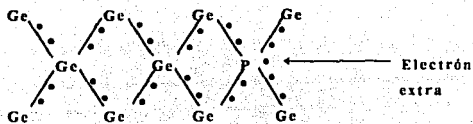
3.2. DETECTOR DE ESTADO SOLIDO.

Los detectores de estado sólido son generalmente de Ge o Si. El material es un semiconductor, sin embargo la banda prohibida es mucho mas pequeña para el material semiconductor. Para el silicio la banda prohibida es de aproximadamente 1.1 eV, y para el Ge es de 0.66 eV. Por lo que el paso de la radiación puede fácilmente pasar a un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción, esto crea un par electrón-hueco. El hueco (ausencia de un electrón) y el electrón pueden emigrar a través del cristal bajo un campo eléctrico, y producir una señal eléctrica que muestra el paso de la radiación.

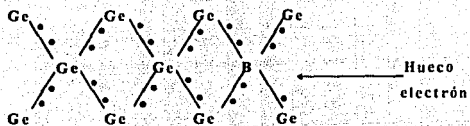
Los cristales semiconductores puros, que son aquellos que están compuestos solamente de átomos de Si o Ge, solo se encuentran en teoría, pues en la realidad no se obtienen 100% puros. Los materiales semiconductores tienen impurezas que causan algún efecto en sus propiedades eléctricas. Algunas veces las impurezas son añadidas con el propósito de controlar los cambios indeseables en el comportamiento eléctrico del material.

El tipo de impurezas que son importantes en los cristales semiconductores son aquellas que presentan un electrón de valencia mas o menos que los cuatro que normalmente posee un átomo neutral de Si o Ge.

Si se añade fósforo al cristal de Ge, como se muestra en la fig 2.2.1, como el fósforo tiene un electrón mas de valencia que el de germanio, existe un exceso de electrones. A un semiconductor de este tipo se le llama semiconductor tipo-n.



Semiconductor tipo-n



Semiconductor tipo-p

Fig 2.2.1 Semiconductores con impurezas tipo-n y tipo-p.

La presencia de fósforo crea un nivel de energía en la banda prohibida, llamado nivel donador, que está muy cerca de la banda de conducción (ver fig.2.2.2). Esto implica que los electrones son fácilmente llevados a la banda de conducción y las propiedades eléctricas son controladas por el exceso de electrones en la banda de conducción.

Si el átomo de Ge es reemplazado por un átomo de boro, se crea un exceso de huecos como se muestra en la figura 2.2.1. Ahora a este sólido se le llama semiconductor tipo-p, en donde las propiedades eléctricas son dominadas por el exceso de huecos. La presencia de boro crea un nivel de energía aceptor en la banda prohibida que está muy

cerca de la banda de valencia. Ahora los electrones de la banda de valencia tienen la suficiente energía para pasar al nivel aceptor, pasando a través del exceso de huecos.

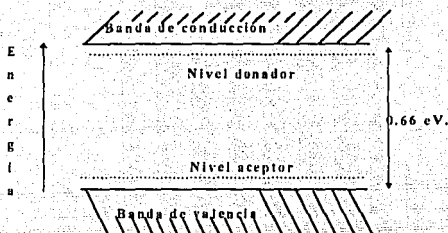


Fig 2.2.2 Niveles de energía (donador-aceptor) en la banda prohibida de un cristal semiconductor.

El mejor diseño de un detector semiconductor hasta el momento es un material de tipo-n y tipo-p unidos, formando una unión p-n. Se muestra un diagrama de una unión p-n en la fig 2.2.3. Si los dos tipos de semiconductores se ponen en contacto, los electrones pueden migrar a la zona p y los huecos a la zona n. Esto crea un área donde no hay exceso de electrones ni de huecos, e implica que es una zona de gran resistencia al paso de la corriente eléctrica, llamada región depletada. Si la radiación rompe la región depletada, se llevarán a cabo los efectos antes mencionados. Ahora el material se puede usar como detector de radiación

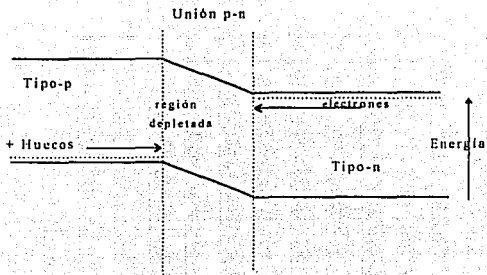


Fig 2.2.3 Generación de la región depletada en un semiconductor unión p-n.

3.3. PREAMPLIFICADOR.

Dentro de los módulos del equipo nuclear, el preamplificador tiene el objetivo de optimizar el acoplamiento de la señal de salida del detector con el resto del sistema. El acoplamiento consiste en la precisión de la conversión de los electrones salientes del fotomultiplicador a una señal, que pueda ser transmitida como una cantidad al sistema [11].

Otra función del preamplificador, es minimizar cualquier fuente de ruido, la cual puede afectar en la resolución del espectro obtenido.

3.4. AMPLIFICADOR.

Las funciones más importantes del amplificador consisten en formar el pulso y amplificar su amplitud. De todos los elementos del sistema analizador de pulsos el amplificador es el que presenta la mayor posibilidad de variaciones operacionales. Altas tasas de conteo favorecen pulsos monopolares relativamente anchos.

Existen amplificadores con distintas funciones, por ejemplo, con líneas de retardo, con salidas múltiples y distintos niveles de impedancias con rechazo de apilamiento, polarizados, etc.

3.5. FUENTE DE ALTO VOLTAJE.

Algunas características importantes con las que deben contar estas fuentes son las siguientes:

- a) Voltaje máximo, mínimo y polaridad.
- b) Intensidad de corriente máxima, mínima polaridad.
- c) Grado de regulación contra corrientes a tiempos largos debidos a cambios de temperatura o alimentación de línea.

Sin embargo, con las condiciones con las que deben cumplir las fuentes de alto voltaje, están básicamente impuestas, por el fotomultiplicador.

3.6. MONOCANAL.

El monocanal o discriminador, es el instrumento que en un sistema nuclear mide la energía de los radionúclidos.

Cuando se introducen estos pulsos de salida, debidos a la detección de diferentes valores de energía a un escalador sin discriminación en la amplitud de los pulsos, ésto da como resultado medidas ambiguas debido al contenido de ruido. Si las medidas deseadas son el número de pulsos detectados correspondientes a una energía específica, entonces se coloca una ventana que este formada por dos discriminadores que permiten el paso a los pulsos con amplitud sobre un umbral fijo. El primer discriminador permite pasar los pulsos sobre un umbral, los pulsos con una amplitud menor al umbral son descartados. El segundo discriminador permite el paso a los pulsos de amplitud menor al umbral fijado, los pulsos con una amplitud de pulso mayor al umbral son descartados. Así solo se toman en cuenta los pulsos cuya amplitud se encuentre entre los dos discriminadores.

3.7. MULTICANAL

El multicanal el cual recibe la señal del amplificador, puede operarse de dos formas:

- a) como analizador de altura de pulsos y
- b) como multiescalador.

La función del multicanal como analizador de altura de pulsos, consiste en clasificar los pulsos que van llegando, de acuerdo a su tamaño, en los distintos canales que le corresponden.

La función como multiescalador consiste en acomodar y contar los pulsos de acuerdo al orden de llegada sin importarle el tamaño de cada uno de ellos así que habiendo fijado el tiempo de trabajo de cada canal, este se comporta como un contador hasta que brinca al siguiente y así sucesivamente, al terminar con el último canal, se brinca al primero, e inicia nuevamente.

3.8. TECNICAS DE CONTEO Y CORRECCIONES.

En general, uno se interesa por obtener medidas representativas de los fenómenos, estas medidas pueden ser relativas o absolutas. Estas últimas, son mas difíciles de obtener. La determinación de una técnica apropiada para las correcciones que son aplicables a las muestras que uno desea estudiar, depende de:

- 1) tipo de radiación que va a ser medida (α , β o γ y algunas veces combinación de las tres).
- 2) de las energías de estas radiaciones.
- 3) del tipo de equipo de conteo que se va a utilizar y la eficiencia para la energía de interés. En general, la radiación de interés es β y γ .

Las correcciones necesarias se dividen en cuatro categorías: a) dispersión, b) absorción, c) consideraciones geométricas, y d) electrónica.

La dispersión tiende a incrementarse con la tasa de conteo.

La absorción tiende a decrecer al aumentar la tasa de conteo.

La geometría física impide que la tasa de conteo sea la máxima ideal, es decir una geometría " 4π ".

Las consideraciones electrónicas pueden causar variaciones en conteo debido a la dirección del conteo o a los efectos del tiempo en la electrónica del contador o del detector.

La siguiente fórmula muestra las correcciones que deben hacerse cuando se lleva a cabo un conteo.

$$A = \frac{dn}{dt} \frac{G}{4\pi} \epsilon F_m F_i F_b F_w F_s$$

donde A es la tasa de conteo (cuentas/ segundo).

dn/dt = velocidad de conteo absoluta (desintegraciones/segundo).

G = Es el ángulo delimitado por el volumen del contador. ($G/4\pi$ = fracción total del ángulo sólido).

ϵ = sensibilidad intrínseca del contador en particular para la radiación de interés.

F_m = factor de corrección por efecto de múltiples descargas.

F_t = corrección por el tiempo muerto del contador,

F_b = corrección por fondo de la radiación.

F_w = corrección por absorción en aire, ventana del contador y cubierta de la muestra.

F_s = corrección por la autoabsorción de la muestra.

Para propósitos prácticos, todas estas correcciones se pueden agrupar de la siguiente forma.

$$\epsilon = \frac{G}{4\pi} \epsilon F_m$$

y llamar ϵ a la eficiencia del contador y la ecuación general queda de la siguiente forma

$$A = \frac{dn}{dt} \epsilon F_t F_b F_w F_s$$

A continuación se explica brevemente cada uno de los factores antes mencionados.

La velocidad de desintegración absoluta (dn/dt) en el ángulo delimitado (G). Esto debería aparentemente ser el producto

$$\frac{dn}{dt} \frac{G}{4\pi}$$

es el número real de partículas contadas por el contador.

Es difícil determinar G con exactitud, debido a que el volumen sensible del detector no está normalmente bien definido.

El factor F_m toma en cuenta el aumento aparente en la tasa de conteo debido a las múltiples descargas en ciertos tipos de detectores (por ejemplo tubo Geiger-Müller). El factor ϵ toma en cuenta la eficiencia intrínseca del contador para cada tipo de radiación. Cada factor es independiente de todos los demás y es solo función del tipo de radiación, del contador y de la geometría del arreglo. Se ha mencionado que es más simple agrupar los factores y hablar de un solo factor al cual se le conoce como la eficiencia (ϵ).

Es importante conocer la eficiencia, básicamente por las siguientes razones:

1) Si las actividades medidas de las muestras difieren ligeramente, es una desventaja cuando se quieren variar las distancias de la muestra y obtener un conteo confiable, esto significa que ϵ debe ser conocido para las diferentes distancias, y una vez conocido, se puede normalizar el conteo para encontrar la distancia adecuada.

2) Frecuentemente ϵ cambia con el tiempo debido a las variaciones de factores, tales como la electrónica, F_m y la temperatura. Por lo que uno debería medir ϵ en el tiempo de conteo para estar seguros de que el conteo obtenido puede ser correlacionado con otras cuentas a diferentes tiempos. Una vez establecido un valor absoluto de ϵ , el cual es solamente necesario para conocer el valor relativo de ϵ , se confirma el sistema de conteo. ϵ se puede determinar en diferentes formas, pero el método más común es el uso de una fuente calibrada, de preferencia con el mismo tipo de radiación que el de la muestra que se va a analizar.

3.9. FACTOR DE RETRODISPERSION (F_b).

Cuando las partículas beta pasan a través de la materia, pueden ser desviadas a diferentes ángulos. A la distribución de las partículas que son desviadas en un ángulo de aproximadamente 150° se le llama retrodispersión, lo que da como resultado un aumento de conteo que se representa como un factor F_b , el cual incrementa con el espesor del material, hasta saturación. El valor de saturación teóricamente es igual a la mitad del rango R , para la distribución de las partículas beta en el material, pero en la práctica se usa el valor de $0.2R$. La dependencia de la distribución de acuerdo a la energía de las partículas beta y del número atómico Z se ilustra en la figura 2.4.1.

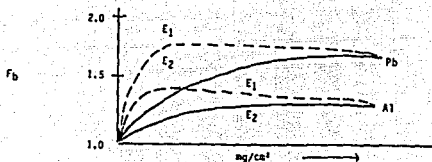


Fig.2.4.1 Factor de retrodispersión f_b como función de la densidad real para Al y Pb obtenidos para dos energías diferentes $E_1 > E_2$

La retrodispersión de los rayos gamma no es tan grande como el de las partículas beta, pero aun así existe. Como las rayos gamma tienen un mayor poder de penetración, la probabilidad de que sean distribuidos en el contador es menor que para las partículas beta. Sin

embargo para energías ($E\gamma$) mayores de 1.02 MeV, se presenta el fenómeno de producción de pares, y como consecuencia puede producir un aumento en el conteo. También los fotoelectrones pueden contribuir al incremento de dicho conteo.

Una relación semiempírica para calcular F_b es:

$$F_b = 1 + R/(\mu + \mu') [1 - e^{-(\mu + \mu')x}]$$

$$R = (\mu + \mu') / (1 - e^{-Z/40}) \quad \text{para partículas } \beta$$

$$R = 0.2 B\sigma \quad \text{para rayos } \gamma$$

donde:

μ = coeficiente de absorción másica para la dispersión en el material a la energía inicial.

μ' = coeficiente de absorción másica del material dispersante correspondiente a la energía de dispersión de la radiación

x = tamaño de la retrodispersión.

B = factor de apilamiento gamma por retrodispersión del material

R = coeficiente de retrodispersión.

Z = número atómico del absorbedor.

σ = coeficiente de atenuación del efecto Compton para la energía inicial de los rayos gamma.

Con ello se puede notar que la distribución puede darse tanto en el contenedor como en los soportes del detector, por lo que el material usado debe tener un alto número atómico Z .

3.10. TIEMPO MUERTO O PERDIDA POR COINCIDENCIA.

El factor de tiempo muerto representa la disminución de la tasa de conteo debido a la sobreposición de la cuentas ya sea en el detector o en la electrónica del sistema de conteo. La relación está dada por la siguiente ecuación:

$$F_t = (1 - AT)$$

donde A= Tasa de conteo observada

T= Tiempo muerto del detector.

Esta ecuación se puede utilizar como una aproximación de las pérdidas por coincidencia. Estas pérdidas no son lineales, excepto en un rango relativamente pequeño de conteo.

3.11. ABSORCIÓN Y DISPERSIÓN EN LA VENTANA DEL CONTADOR Y EL AIRE Fw.

El conteo disminuye debido a la absorción de la radiación en la ventana del contador o por el paso a través del aire. Si los absorbentes se encuentran entre la muestra y el detector, entonces la muestra se debe colocar lo más cerca posible del detector, lo que ayuda a la disminución de la dispersión en el contador.

El factor Fw, puede ser determinado tomando absorbentes de diferente espesor y colocándolos frente al detector para poder determinar la curva de absorción. Esta curva es aproximadamente exponencial, si se construye una gráfica del espesor de la muestra contra el log de la actividad medida, puede uno extrapolar fácilmente a

cero en el espesor de la muestra. El espesor de absorción de la muestra es función de la ventana, el aire y el espesor de la muestra.

3.12. AUTOABSORCION DE LA MUESTRA (Fs).

Para una muestra de espesor finito, hay una disminución en el conteo debido a la absorción y dispersión dentro de la muestra, el cálculo exacto de la dependencia de Fs en el espesor (x) es muy difícil debido a las múltiples interacciones de las partículas o rayos con distinta energía. Se puede hacer una simplificación, suponiendo un coeficiente de absorción exponencial (μ) independiente de la intensidad de la radiación.

Una forma de determinar el factor Fs, es obtener la curva de absorción para un material activo al cual se le agrega otro material de la misma actividad específica, A, para hacer más gruesa la muestra. La actividad, A, de una muestra de espesor x, puede ser

$$A = \frac{A}{\mu} (1 - e^{-\mu x})$$

donde μ = coeficiente de absorción másico para la muestra (cm^{-1}) el cual puede generar una curva similar a la que se muestra en la figura 2.5.1.

Se puede agrupar la autodispersión, autoabsorción, y la retrodispersión en un solo factor de corrección para un espesor específico de muestra, especie, y arreglo geométrico, en un sistema particular de conteo.

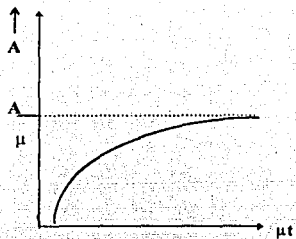


fig 2.5.1 Curva de autoabsorción: Curva de saturación obtenido por el aumento en el espesor de la muestra conservando la actividad específica constante.

4. METODO DE EXTRACCION DE METALES EN MINERALES.

En este capítulo se describen los dos métodos de extracción de los metales asociados a la plata en minerales (oro, paladio, rodio, platino, etc.), y se elige uno de ellos debido a las ventajas económicas que representa además de manejar cantidades menores para tener una muestra representativa del mineral.

Para el primer método de extracción de los metales[12], se requiere para que la muestra sea representativa, una cantidad de 100 gramos mínimo. El método es el siguiente (ver diagrama 3.1):

- 1.- Se agrega agua regia a la muestra, el agua regia disuelve al oro, platino y paladio.
- 2.- Se filtra la mezcla.
- 3.- A la solución se le agrega sulfato de fierro II. Con ello se precipita el oro, el cual se filtra para una posterior purificación.
- 4.- A la solución restante de la precipitación anterior, se le agrega una solución saturada de cloruro de amonio para precipitar hexacloroplatinato, éste es calcinado en una atmósfera de hidrógeno, obteniéndose así, el metal crudo (Pt) para purificarlo posteriormente.
- 5.- A la solución del paso 4 se le agrega NH_4OH y HCl para que precipite el paladio. La solución de esta última filtración se desecha.
- 6.- A el residuo insoluble del paso 1 se le agrega óxido de plomo, carbonato de sodio, bórax y carbón, para poder mezclar perfectamente estos compuestos se ponen a fuego. La mezcla de plomo formada con los diferentes compuestos contiene elementos rodio, iridio, rutenio, osmio, del grupo del platino.

7.- A la mezcla se le agrega una solución de ácido clorhídrico caliente para disolver la plata y el plomo. Se filtra, a la solución obtenida se le puede hacer un tratamiento para precipitar el plomo como sulfato de plomo, filtrar y desechar la solución.

8.- Los residuos insolubles del paso 7 se calientan para mezclarse perfectamente con sulfato de sodio formando una sal de sulfato de rodio soluble en agua. A esta última se le agrega agua y se filtra para separar el rodio.

9.- A la solución acuosa que contiene el rodio se le agrega nitrito de amonio para precipitar el $(\text{NH}_4)_3\text{Rh}(\text{NO}_2)_6$. Se filtra y se desecha la solución, al precipitado se le agrega ácido clorhídrico para formar finalmente un compuesto de $(\text{NH}_4)_3\text{RhCl}_6$.

10.- La mezcla insoluble en agua del paso 9 se funde agregando una mezcla de hidróxido de sodio y peróxido de sodio. El osmio y rutenio forman sales solubles en agua. El iridio forma un óxido que se lava con una solución de agua regia.

11.- Las sales del osmio y rutenio del paso 10 se disuelven en agua, esta solución es tratada con ácido clorhídrico y cloro en estado gaseoso. Se forman tetróxidos volátiles de óxido de osmio y óxido de rutenio los cuales se adsorben en una mezcla de ácido clorhídrico diluido y metanol. Cuando esta última solución se calienta, solamente el óxido de osmio se volatiliza, y se puede recuperar por la adsorción en una solución de NaOH/CH_4 , en donde se forma un precipitado de cloruro de osmio amoniacal al añadirle cloruro de amonio. Se filtra la solución se desecha el precipitado y se calcina en una atmósfera de hidrógeno para producir osmio crudo.

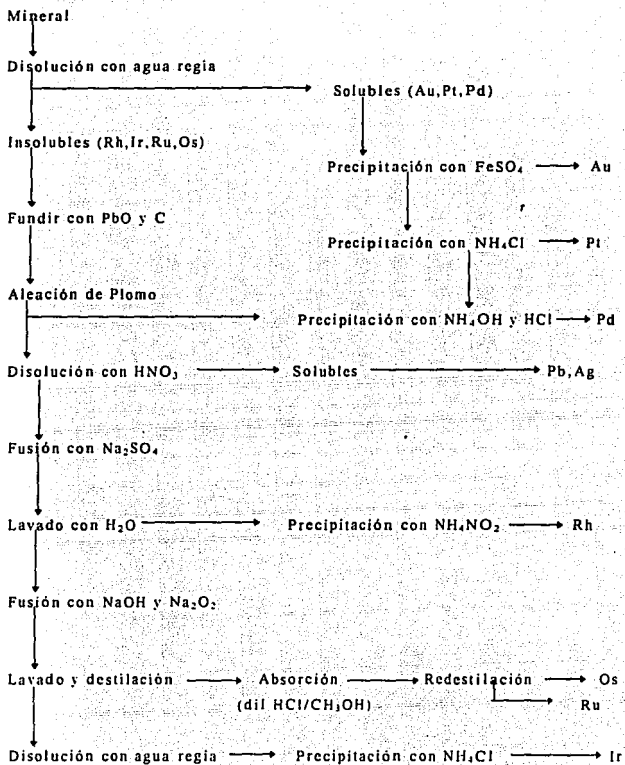


Fig. 3.1 Diagrama de extracción de metales asociados a la plata.

12.- El rutenio remanente como oxiclورو de rutenio de las evaporaciones previas, se reduce por medio de calentamiento en atmósfera de hidrógeno para obtener rutenio crudo.

13.- A la solución que contiene el óxido de iridio del paso 10 se le agrega cloruro de amonio para formar un precipitado de cloruro de iridio amoniacal. Se filtra y el precipitado se calcina en una atmósfera de hidrógeno para obtener iridio crudo.

Este método de separación de los metales, toma en cuenta que existe coprecipitaciones de otros elementos remanentes como impurezas, pues, para la purificación de cada elemento es necesaria una técnica de purificación, aunque para el análisis cuantitativo sería suficiente con esto.

El segundo método conocido como acrisolado es mas sencillo, además para el propósito de analizar la muestra por medio de la técnica de análisis por activación con neutrones, es preferible preconcentrar los metales juntos y hacer solo una irradiación, no es recomendable concentrar a cada uno de ellos por separado, pues sería necesaria una irradiación por cada elemento.

El segundo método es una técnica de preconcentrado conocida como acrisolado (Fire Assay) [10], consiste en mezclar el mineral con diferentes fundentes, (posteriormente mencionados). Se coloca dicha mezcla en la mufla hasta que alcance una temperatura de 1000° C por 1 hora, durante este calentamiento se forman dos fases líquidas, una de ellas es la que contiene plomo y demás metales presentes en la muestra, la otra fase corresponde a la escoria.

Al concluir la hora de calentamiento, se saca la muestra de la mufla, ésta sale de un color rojizo, y sin permitir el enfriamiento se

vacía inmediatamente a un molde de fierro frío, al vaciar la mezcla líquida se separa en dos fases para solidificarse en segundos, una de las fases es un botón de metales y la otra fase es vidrio color café oscuro. Se separan las fases, desechando la parte de vidrio y conservando el botón de metales, el cual se irradia después.

Este método es relativamente más sencillo que el primero, además de agrupar a todos los metales presentes en el botón.

Debido a que la muestra de mineral ya procesado o lodo residual en forma de arena café clara, al cual se le conoce como jale, contiene una gran cantidad de elementos sin interés para el presente estudio, es preferible hacer un preconcentrado del jale, con dos propósitos principales:

- a) disminución de elementos que al irradiarse la muestra pueden contribuir a la actividad como ruido no deseado.
- b) para tener mayor concentrado de los elementos de interés en la muestra a irradiar.

Por la explicación anterior, se consideró que era necesario un preconcentrado de la muestra y el método elegido es el acrisolado.

5. METODO EXPERIMENTAL.

Substancias.

Oxido de plomo	PbO
Carbonato de sodio	Na ₂ CO ₃
Bórax	Na ₂ B ₄ O ₇
Silica	Si O ₂
Carbón	C
Nitrato de plata	AgNO ₃

Material y equipo de laboratorio.

Mufla Blue Electric Company (0° - 1000°C)
Crisol para temperaturas de 1000° C
Pinzas
Guantes
Balanza analítica Bosch S 2000 (máximo 100 g.)
Lámina de oro
Láminas de aleación aluminio-oro
Reactor de investigación TRIGA MARK III.
Espectrómetro gamma, con detector de HPGe.
PC con tarjeta Multicanal ORTEC.

5.1 METODO DE PRECONCENTRACION DE LA MUESTRA.

Como se ha mencionado anteriormente es necesario hacer un preconcentrado del jale, el método utilizado es acrisolado. A continuación se explica la técnica empleada.

Se seca el jale (residuo del mineral, el cual es una arena fina de color café claro) en una estufa a temperatura de 80°C por 20 minutos.

Se pesan 15 g. de jale, y se agregan los siguientes compuestos:
47 g. de óxido de plomo

2 g. de bórax

4 g. de carbonato de sodio

1.2 g. de carbon

solución de nitrato de plata.

En el crisol que se lleve a cabo el calentamiento se mezclan perfectamente todos los compuestos antes mencionados, a excepción de la solución de nitrato de plata. Al obtener una mezcla homogénea, la cual tiene ahora un color verde seco, se le agrega el nitrato de plata en solución (5 mg de plata, en un mililitro de solución).

Se calienta la muestra por 1 hora, en la mufla que alcanza una temperatura de 1000°C, durante el calentamiento la muestra pasa de un estado sólido a uno líquido. En este líquido se encuentran 2 fases, una de ellas son los metales agrupados que se encuentran en el fondo (mayor densidad) y otra es el silicio.

Después de la hora de calentamiento se saca la muestra de la mufla, ésta sale al rojo vivo, e inmediatamente se vacía en un crisol de acero inoxidable frío, donde se separan la fase formada por los metales, y la escoria que esta formada principalmente por silicio.

Al vaciar la muestra en el crisol de acero inoxidable se separan las fases y se solidifican inmediatamente. Para hacer mas fácil la separación de las dos fases, ahora sólidas, después de aproximadamente 30 segundos, cuidadosamente se le agrega agua fría, lo que hace que el silicio se fragmente y separe del metal.

5.2 PREPARACION DE LA MUESTRA.

En el método de preconcentración, se obtiene un botón de forma irregular, además de que para el análisis por activación con neutrones las cantidades para irradiar, de preferencia son de microgramos a miligramos, lo cual depende de la cantidad estimada del material a detectar y de la facilidad para manejar dicha muestra. Para ello es necesario hacerle un tratamiento al botón de los metales.

En nuestro caso, el siguiente paso es fundir una cantidad de 2 gramos proveniente del botón y depositarlo en un recipiente de acero inoxidable, donde se forma una pastilla de forma irregular en cuanto al área.

La pastilla se somete a presión, obteniéndose una lámina, de donde se corta un círculo de diámetro de 0.4 milímetros, finalmente la muestra en forma de círculo se rola.

El siguiente paso consiste en la preparación de la muestra para la irradiación, para ello es necesario colocarse unos guantes y limpiar la muestra de la impurezas que pudieron adherirse a ella.

La muestra se limpia con acetona, se enjuaga con agua tridestilada y se seca perfectamente, después se pesa para colocarla finalmente en una bolsa de plástico de 0.6 * 0.6 cm se sella al igual que las muestras, la bolsa se enjuaga con agua tridestilada.

Las laminillas de aluminio-oro que tienen un diámetro de 0.4 cm reciben el mismo tratamiento, estas láminas se utilizarán para medir el flujo de neutrones.

La muestra junto con la lámina se envuelven en papel y se colocan en un recipiente cilíndrico de plástico perfectamente sellado.

5.3 CONDICIONES DE IRRADIACION.

El número total de muestras irradiadas fueron 20.

De éstas, 19 se irradiaron por una hora, y la otra por 15 segundos.

Los diferentes tiempos de irradiación y de conteo se determinaron de acuerdo a la vida media de los metales asociados a la

plata. En la tabla 5.3.1 se muestran las características de cada elemento que pudiese estar presente en la muestra.

Tabla 5.3.1 Características de los isótopos de los elementos asociados a la plata

Reacción	Ab.Is	σ b	t _{1/2}	E _γ Mev
Ag ¹⁰⁹ (n,γ)Ag ¹¹⁰	40.17	89	24 s	0.656
Rh ¹⁰³ (n,γ)Rh ¹⁰⁴	100	135	42 s	0.56
Ag ¹⁰⁷ (n,γ)Ag ¹⁰⁸	51.83	34.2	2.4 m	0.633
Pd ¹⁰⁸ (n,γ)Pd ^{109m}	26.7	12	4.69 m	0.188
Cu ⁶⁵ (n,γ)Cu ⁶⁶	30.9	2.17	5.1 m	1.039
Al ²⁷ (n,γ)Al ²⁸	100	0.235	23 m	1.78
Pt ¹⁹⁸ (n,γ)Pt ¹⁹⁹	7.2	.0027	30 m	0.540
Ru ¹⁰⁴ (n,γ)Ru ¹⁰⁵	18.6	0.47	4.45 h	0.726
Cu ⁶³ (n,γ)Cu ⁶⁴	69.1	4.5	12.9 h	1.34
Pd ¹⁰⁸ (n,γ)Pd ¹⁰⁹	26.7	12	13.47h	0.088
Zn ⁶⁸ (n,γ)Zn ^{69m}	18.6	0.62	14. h	0.440
Ir ¹⁹³ (n,γ)Ir ¹⁹⁴	62.6	110	19. h	0.328
Pt ¹⁹⁶ (n,γ)Pt ¹⁹⁷	25.3	0.05	20. h	0.077
Os ¹⁹² (n,γ)Os ¹⁹³	41	2	32. h	0.460
Au ¹⁹⁷ (n,γ)Au ¹⁹⁸	100	98.8	64.8 h	0.412
Ru ⁹⁶ (n,γ)Ru ⁹⁷	5.5	0.25	2.9 d	0.215
Os ¹⁹⁰ (n,γ)Os ¹⁹¹	26.4	9.1	15 d	0.129
Ru ¹⁰² (n,γ)Ru ¹⁰³	31.6	1.3	40 d	0.497
Pt ¹⁹⁴ (n,γ)Pt ¹⁹⁵	32.9	0.09	4.1 d	0.099
Fe ⁵⁸ (n,γ)Fe ⁵⁹	0.31	1.15	45 d	1.097
Ir ¹⁹¹ (n,γ)Ir ¹⁹²	37.4	0.1	74 d	0.3165
Os ¹⁸⁴ (n,γ)Os ¹⁸⁵	0.02	3000	94 d	0.646
Zn ⁶⁴ (n,γ)Zn ⁶⁵	48.9	0.78	245 d	1.114

5.4 CALIBRACION Y EFICIENCIA DEL EQUIPO.

Como se muestra en la figura 5.4.1 la eficiencia de los detectores coaxiales de HPGe varían con la energía. La eficiencia de fotopico es la relación entre el número de cuentas netas bajo el área del fotopico entre el número de rayos gamma emitidos por la fuente.

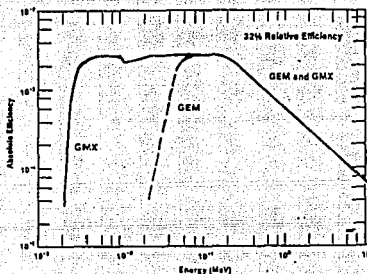


Fig. 5.4.1 Eficiencia de fotopico vs Energía para detectores GEM y GAMMA-N HPGe

Para realizar el cálculo de eficiencia del detector en función de la energía, es necesario calibrar el espectrómetro gamma con fuente de radiactividad conocida (fuentes patrón).

El espectrómetro gama consiste en:

- Detector coaxial tipo p modelo 40190p
- Spectrum master mod 92X ADCAM
- Dewar EG G ORTEC cap. 3 litros
- PC con tarjeta ORTEC y software MAESTRO II

versión 1.4

- Blindaje con barras de plomo de 5x20x10 cm, (formando un rectángulo de 98x52x30cm, dentro del cual se encuentra el detector).

La calibración del sistema en energías se realiza con fuentes puntuales de Co^{57} y Co^{60} .

Las condiciones de operación del espectrómetro gamma son:

ganancia gruesa 20
ganancia fina 0.7585
voltaje +3500 volts
canales 4096

Se colocan las dos fuentes de cobalto frente al detector a 2.8 cm de distancia y se inicia el conteo. El tiempo vivo de conteo es de 300 segundos.

Se localiza el canal en donde esta el centro de cada pico y se le asigna la energía reportada en tablas de radionúclidos[17]. El espectro de calibración se muestra en la figura 5.4.1.

Tabla 5.4.1: Energías para calibración del sistema.

Fuente	Energía KeV	Canal
Co^{57}	122*	211
	136	227
Co^{60}	1173	1791
	1332*	2030

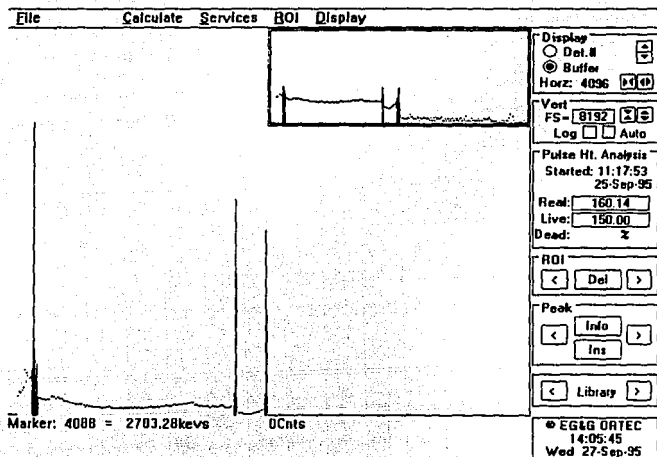


Fig. 5.4.2 Espectro de Co^{57} y Co^{60} para calibración del espectrómetro gamma.

El espectro ha sido calibrado en energía, sin embargo, debido a que la eficiencia del equipo de detección de radiación, es uno de los principales parámetros para obtener el resultado cuantitativo de cada elemento, y ésta cambia con la energía, es necesario calcularla.

Las fuentes gamma utilizadas para calcular la eficiencia son: Co^{57} , Co^{60} y Eu^{152} . se escogieron estas fuentes porque poseen fotopicos a diferentes energías en el rango de interés (100-2000 keV), con estas tres fuentes es suficiente, ya que la fuente de Eu^{152} posee 21 fotopicos (121.8, ..., 1457.6 keV)[18].

La actividad real de cada fuente se calcula por la ecuación:

$$A_1 = A_0 \exp(-\lambda t)$$

donde:

A_0 = Actividad de la fuente a la fecha de estandarización (4/mayo/94)

λ = Constante de decaimiento

t = días transcurridos de fecha de estandarización a fecha de conteo (4/mayo/94 - 17/sept/95).

Los resultados del cálculo de la actividad A_1 se reportan en la tabla 5.4.3

Tabla 5.4.2 Fuentes para el cálculo de eficiencia del sistema.

Fuente	Act. MBq 4-05-1995	Vida media $t_{1/2}$ días	Constante dec. d^{-1}	Act MBq 17-08-1995
Co ⁵⁷	185	270 d	$2.57 \cdot 10^{-3}$	53.329
Co ⁶⁰	185	1920.99 d	$3.61 \cdot 10^{-4}$	155.342
Eu ¹⁵²	185	4635.50 d	$1.49 \cdot 10^{-4}$	172.128

La actividad A_1 en términos de rayos gamma por segundo (γ/s) se obtiene multiplicando la actividad de la fuente calibrada por la fracción de rayos gamma por decaimiento $f(\gamma/dec)$. Lo que implica que la eficiencia del sistema en términos de cuentas por rayo gamma ($ctas/\gamma$) es la razón de la intensidad $A_p(cps)$ entre la actividad A_1 . Donde A_p es el área neta bajo cada fotopico de la fuente, obtenida experimentalmente con el espectrómetro gama(ver figura 5.4.3). Los resultados de eficiencia se encuentran en la tabla 5.4.3.

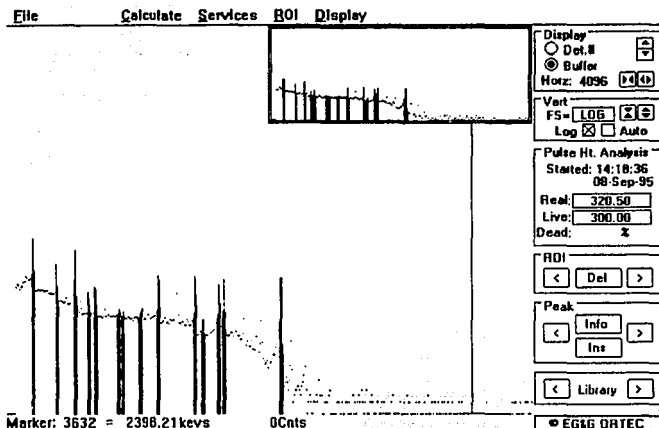


Fig 5.4.3. Espectro de la fuente de Europio, utilizado para el calculo de la eficiencia.

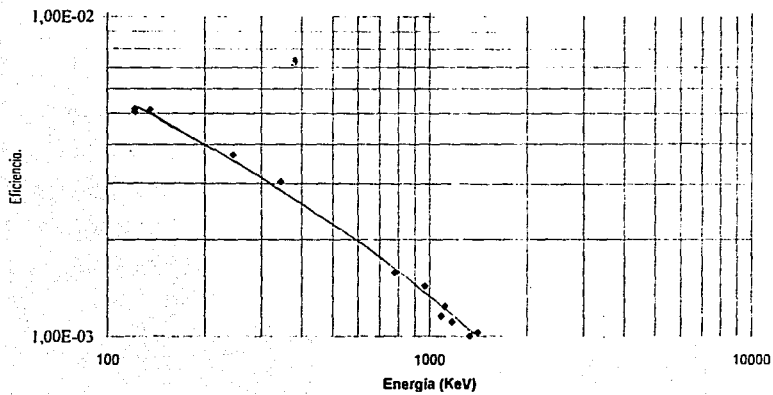
La gráfica de los datos de eficiencia del espectrómetro gamma en cuentas por rayo gamma (ctas/ γ) en función de la energía E(keV) se muestra en la gráfica 5.4.1.

Finalmente se tienen todas las condiciones para la irradiación de las muestras y el conteo de las mismas.

Tabla 5.4.3. Resultados para el cálculo de la eficiencia.

Fuente	E(γ) keV	f(dec/s)	A _p (cps)	A _l (Bq)*f	A _p / A _l *f
Co ⁵⁷	122	0.87	226	44641	5.06*10 ⁻³
	136	0.11	29	5644	5.14*10 ⁻³
Co ⁶⁰	1173	1.0	172	154426	1.11*10 ⁻³
	1332	1.0	155	154426	1.00*10 ⁻³
Eu ¹⁵²	122	0.37	329	63545	5.18*10 ⁻³
	245	0.08	51	13739	3.71*10 ⁻³
	344	0.27	141	46371	3.04*10 ⁻³
	779	0.14	38	24044	1.58*10 ⁻³
	965	0.15	37	25762	1.43*10 ⁻³
	1087	0.12	24	20609	1.16*10 ⁻³
	1113	0.14	30	24044	1.24*10 ⁻³
1408	0.22	39	37784	1.03*10 ⁻³	

Graf. 5.4.1 Eficiencia del espectrómetro gamma vs. energía a 2.8 cm. fuente-detector.



6. RESULTADOS

Las muestras 1,2,...,9,...,20 se irradiaron en la posición SIFCA (Sistema fijo de irradiación de cápsulas) por 1 hora y la muestra 10 se irradió en la posición SINCA (sistema neumático de irradiación de cápsulas) por 15 segundos.

Las muestras que se irradiaron por una hora y siguiendo las normas de seguridad radiológica del ININ fue necesario esperar 3 días para poder manipular las muestras.

Las muestras fueron transportadas del reactor al laboratorio de espectroscopia en un contenedor de plomo cilíndrico de espesor de 15 centímetros.

Para el conteo de las muestras se utilizó la misma geometría y condiciones de operación utilizadas para calcular la eficiencia.

La distancia muestra-detector fue de 2.8 cm. Se eligió esta distancia, para que el tiempo muerto fuese menor al 10%.

El tiempo de irradiación para 19 de las muestras fue el mismo, sin embargo, el tiempo de decaimiento varió en cada muestra, debido a que solo se tenía un equipo para hacer el conteo de las muestras.

En la tabla 6.1 se lista el peso en gramos de cada muestra, tiempo de irradiación (t_i), tiempo de enfriamiento (t_e), tiempo de conteo (t_d). La distancia muestra detector fue de 2.8 cm, igual que la usada para la calibración del equipo.

Tabla 6.1

Muestra	Peso (g.)	ti (días)	Te(días)	td(días)
1	0.02357	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.014	$1.73 \cdot 10^{-3}$
2	0.02422	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.017	$1.73 \cdot 10^{-3}$
3	0.02532	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.020	$1.73 \cdot 10^{-3}$
4	0.02907	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.023	$1.73 \cdot 10^{-3}$
5	0.02288	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.026	$1.73 \cdot 10^{-3}$
6	0.01937	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.028	$1.73 \cdot 10^{-3}$
7	0.01872	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.030	$1.73 \cdot 10^{-3}$
8	0.01844	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.033	$1.73 \cdot 10^{-3}$
9	0.02038	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.035	$1.73 \cdot 10^{-3}$
10	0.02140	$1.73 \cdot 10^{-4}$	$13 \cdot 10^{-3}$	$1.73 \cdot 10^{-3}$
11	0.01881	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.038	$1.73 \cdot 10^{-3}$
12	0.01975	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.040	$1.73 \cdot 10^{-3}$
13	0.01650	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.043	$1.73 \cdot 10^{-3}$
14	0.03105	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.046	$1.73 \cdot 10^{-3}$
15	0.03451	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.049	$1.73 \cdot 10^{-3}$
16	0.02647	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.052	$1.73 \cdot 10^{-3}$
17	0.02408	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.054	$1.73 \cdot 10^{-3}$
18	0.02176	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.057	$1.73 \cdot 10^{-3}$
19	0.02355	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.060	$1.73 \cdot 10^{-3}$
20	0.01860	$4.16 \cdot 10^{-2}$	3.063	$1.73 \cdot 10^{-3}$

Se obtuvo el espectro de cada muestra para su análisis. A continuación se muestran 2 de los espectros obtenidos (espectros de las muestras 1 y 14).

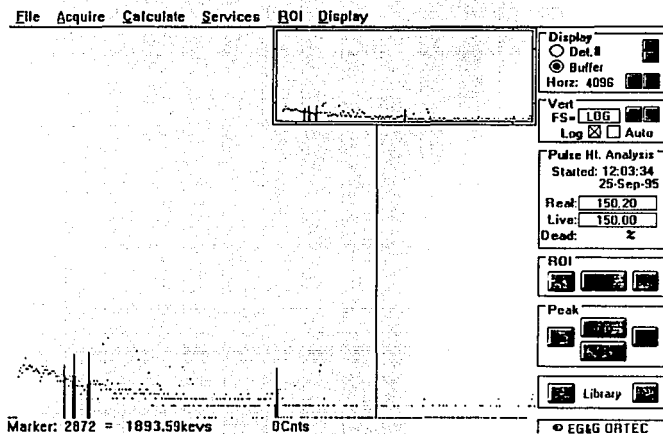


Fig. 6.1 Espectro de la muestra 1, tiempo de irradiación 1 hora.

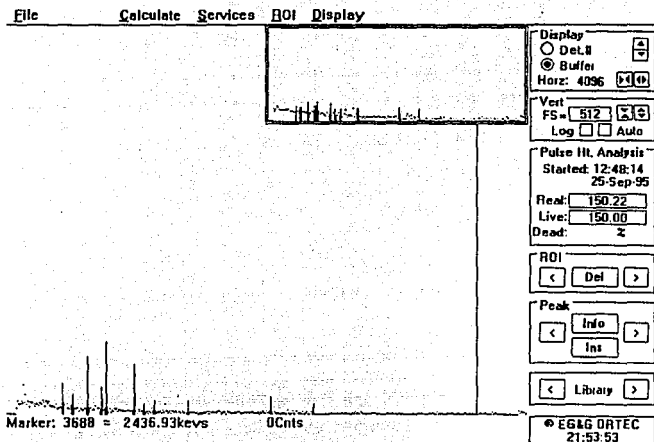


Fig. 6.2 Espectro de la muestra 14, tiempo de irradiación 1 hora.

En el espectro 6.1 se marcaron los fotopicos que fueron analizados y en el espectro 6.2 se marcaron la mayoría de los fotopicos de diferentes energías. Sin embargo no se analizaron todos, debido a que en algunos de ellos no era muy claro a que radioisótopo pertenecía, este es el caso del fotopico de 511 keV de energía, este pico podría ser por ejemplo de cobre, zinc o de producción de pares, era difícil descartar algunas opciones y decir exactamente a cual o cuales elementos pertenecía.

Otro fotopico que se encuentra en una situación similar es el de 484 keV de energía, esta energía pertenece a dos radionúclidos, uno de ellos es el osmio-193 (484.3 keV), el otro es el iridio-192 (484.6keV)[18], por lo que el fotopico pertenecía a los dos radionúclidos.

Los fotopicos de la plata no se analizaron debido a que en un paso del preconcentrado se agregó solución de nitrato de plata, y no se sabe que porcentaje de metales se recuperaron, así que, podría ser que parte de ella se haya ido con la escoria, y los resultados no serían muy confiables.

Por lo anterior se decidió analizar solamente los fotopicos en donde es muy claro a que radioisótopo pertenece y además de que se esta seguro que en ningún paso del preconcentrado pudo haberse agregado, aun como impureza de algún reactivo.

Los fotopicos analizados son de 280, 324, 411, 1360 keV, los cuales pertenecen a Osmio-193, rutenio-97, oro-198 e iridio-192 respectivamente.

El flujo de neutrones (n/cm^2s) y la masa (gramos) de cada metal (Os, Ru, Au, Ir) de cada muestra se determinó, despejando de la siguiente expresión, la variable deseada, según se trate de las láminas de Al-Au o de las láminas de la muestra:

$$A = \frac{\phi \sigma A_b I_s N_A v m (1 - e^{-\lambda_1 t}) e^{-\lambda_1 t} (1 - e^{-\lambda_2 t})}{M} \epsilon$$

El flujo de neutrones térmicos para las muestras de 1-9 es de $4.7 \cdot 10^{11}$ y de $3.9 \cdot 10^{11} n/cm^2 s$ para las muestras 11-20.

El resultado de la masa en gramos que se obtiene en cada muestra se encuentra en la tabla 6.2

Tabla 6.2

Muestra	Oro (g.)	Osmio (g.)	Iridio (g.)	Rutenio (g.)
1	$2.1280 \cdot 10^{-9}$	$6.6842 \cdot 10^{-8}$	$3.3420 \cdot 10^{-10}$	$4.6498 \cdot 10^{-9}$
2	$2.1188 \cdot 10^{-9}$	$4.5958 \cdot 10^{-8}$	$6.1268 \cdot 10^{-10}$	$4.8034 \cdot 10^{-9}$
3	$7.7003 \cdot 10^{-9}$	$6.7612 \cdot 10^{-8}$	$5.8384 \cdot 10^{-10}$	
4	$8.0964 \cdot 10^{-9}$	$5.4354 \cdot 10^{-8}$		
5	$3.4817 \cdot 10^{-9}$	$2.9166 \cdot 10^{-8}$	$5.3339 \cdot 10^{-10}$	
6	$3.3209 \cdot 10^{-9}$	$3.0491 \cdot 10^{-8}$	$4.0364 \cdot 10^{-10}$	
7	$1.9219 \cdot 10^{-9}$	$4.3749 \cdot 10^{-8}$	$1.6395 \cdot 10^{-10}$	
8	$2.0538 \cdot 10^{-9}$	$4.1097 \cdot 10^{-8}$	$3.8923 \cdot 10^{-10}$	
9	$7.8279 \cdot 10^{-9}$	$3.8446 \cdot 10^{-8}$	$2.0903 \cdot 10^{-10}$	
11	$2.6113 \cdot 10^{-9}$	$3.9771 \cdot 10^{-8}$	$6.9196 \cdot 10^{-10}$	$7.2413 \cdot 10^{-9}$
12	$1.5676 \cdot 10^{-9}$	$1.9888 \cdot 10^{-8}$	$6.5592 \cdot 10^{-10}$	$3.9620 \cdot 10^{-9}$
13	$9.4781 \cdot 10^{-10}$		$5.9105 \cdot 10^{-10}$	$2.9454 \cdot 10^{-9}$
14	$3.7613 \cdot 10^{-9}$	$4.1090 \cdot 10^{-8}$	$7.0638 \cdot 10^{-10}$	$3.6276 \cdot 10^{-9}$
15	$2.06218 \cdot 10^{-9}$	$3.9771 \cdot 10^{-8}$	$6.2709 \cdot 10^{-10}$	$3.5168 \cdot 10^{-9}$
16	$1.1466 \cdot 10^{-9}$	$3.5795 \cdot 10^{-8}$	$7.1359 \cdot 10^{-10}$	$2.4976 \cdot 10^{-9}$
17	$8.5216 \cdot 10^{-10}$	$3.3143 \cdot 10^{-8}$	$3.5329 \cdot 10^{-10}$	$1.4766 \cdot 10^{-9}$
18	$2.1320 \cdot 10^{-9}$	$3.5795 \cdot 10^{-8}$	$3.4598 \cdot 10^{-10}$	$3.6373 \cdot 10^{-9}$
19	$1.8054 \cdot 10^{-9}$	$3.0492 \cdot 10^{-8}$	$7.4242 \cdot 10^{-10}$	$7.9340 \cdot 10^{-9}$
20	$2.1353 \cdot 10^{-9}$	$3.1817 \cdot 10^{-8}$	$9.0802 \cdot 10^{-10}$	$7.1710 \cdot 10^{-9}$

Esta es la cantidad determinada en cada muestra, ahora para expresarla en partes por millón, se supone que en la parte de preconcentrado de la muestra el rendimiento es del 100%, si en alguna etapa, el rendimiento haya sido del 50% o menor, en el caso extremista, realmente eso en un laboratorio tiene mucha mas importancia de lo que uno cree, pero en este caso la finalidad de el estudio es, determinar la cantidad de metales presentes, para posteriormente en otro trabajo se determine si es o no rentable la

explotación de los jales. Si nosotros hubiésemos tenido un rendimiento del 50% o menor y si estas cantidades representan un beneficio económico, el tener el doble de éstas, representa el 50% mas en dinero.

La cantidad de metales en jales expresada en partes por millón se lista en la tabla 6.3.

En la muestra 10 se analizó cualitativamente el platino. El análisis cualitativo se debe a que solo es una muestra que no puede ser representativa de la cantidad de platino en jales existentes, sin embargo, es una prueba que existe platino. Solo se muestran dos espectros con el fotopico de 74 keV, los cuales corresponden al platino. El criterio tomado, para decidir en una sola muestra, la presencia del platino, fue: el platino, es un metal asociado a la plata, se encontró el fotopico de 74 keV, se tomaron varios espectros de la muestra con distintos tiempos de enfriamiento, y se observó como disminuían las cuentas en cada espectro.

Tabla 6.3

Muestra	Oro (ppm)	Ru (ppm)	Os (ppm)	Ir (ppm)
1	0.1269	0.2774	0.1934	0.0872
2	0.12464	0.2826	0.1875	0.0141
3	0.47135		0.2874	0.0140
4	0.42504		0.1980	
5	0.21748		0.1269	0.0129
6	0.23756		0.1535	0.0113
7	0.16052		0.2555	0.0152
8	0.14378		0.2015	0.0106
9	0.56165		0.1931	0.0140
11	0.17984	0.4987	0.1920	0.0187
12	0.11670	0.2919	0.1038	0.0997
13	0.07056	0.2200		0.0174
14	0.15640	0.1508	0.1203	0.0147
15	0.08558	0.1459	0.1164	0.0102
16	0.0564	0.1229	0.1245	0.0137
17	0.0448	0.0832	0.1321	0.0067
18	0.1478	0.2522	0.1758	0.0094
19	0.1079	0.4718	0.1293	0.0175
20	0.1466	0.4922	0.1552	0.0248

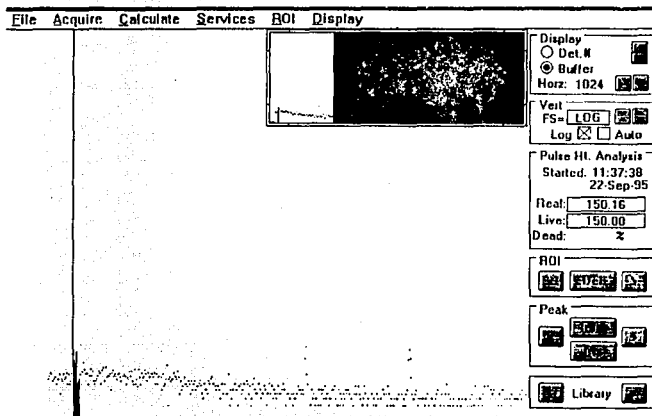


Fig. 6.3 Espectro de la muestra 10, tiempo de irradiación 15 segundos, fotopico 74 KeV.

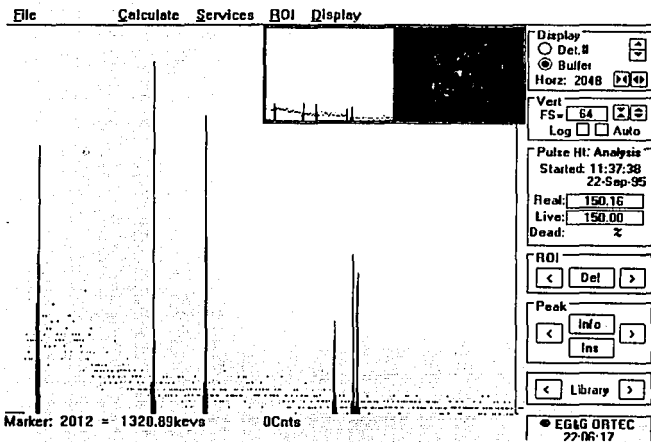


Fig. 6.4 Espectro de la muestra 10, tiempo de irradiación 15 segundos.

CONCLUSIONES.

Debido a que este es un estudio preliminar, se concluye que en la parte de análisis se obtuvieron resultados razonables, comparados a los encontrados en la literatura, los valores mostrados en las tablas son equivalentes en cuanto al orden de magnitud a los dados por Hoffman [15], sin embargo, debido a que no se hicieron repeticiones de las medidas y a que no se hizo la detección en los tiempos óptimos es posible mejorar estas medidas y buscar otros metales. En los espectros que aparecen picos correspondientes a dos o más radionúclidos podrían diferenciarse en base a sus diferentes vidas medias y tiempos de enfriamiento

Por otro lado es evidente que es más serio hacer un cálculo económico para ver la conveniencia de la explotación comercial de estos jales, lo cual queda para un estudio posterior de posibilidad económica.

7. REFERENCIAS.

- [1] Consejo de Recursos Minerales (1992), Geological Mining Monograph of the State of Hidalgo 1a. ed. Secretaría de Energía, Minas e Industria Paraestatal.
- [2] Ernesto Wittch (1980), La Minería en la Historia, *Minero-Noticias.*, Febrero vol 1, 38-50.
- [3] Ehmann & Vance (1991), *Radiochemistry and Nuclear Methods of Analysis.* 1 ed. John Wiley & Sons.
- [4] Arya Atam P. (1970), *Fundamental of Nuclear Physics*, 3 ed. Allyn and Bacon, Inc.
- [5] G. Friedlander, J.M. Kennedy & E. S. Macias. (1981) *Nuclear and Radiochemistry.* 3.ed. John Wiley & Sons, Inc.
- [6] K.H. Beckurts, K. Wirtz (1964), *Neutron Physics*, 1 Ed. Springer-Verlag Berlin.Gottingen Heidelberg New York.
- [7] Miloslav Rakovic, *Activation Analysis.* Ilife books LTD, Praga, 1970,
- [8] Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (1986), *Informe de seguridad del reactor TRIGA-MARK III del centro nuclear de México*, Gerencia de sistemas nucleares División de Aplicaciones Energéticas.
- [9] Paul Kruger (1971), *Principles of Activation Analysis*, Wiley InterSc N.Y.
- [10] I.M. Kolthof, P.J. Elving (1971), *Treatise on Analytical Chemistry*, Wiley Interscience, New York.
- [11] Glenn F. Knoll (1979), *Radiation Detection and Measurement.* John Wiley & Sons.

[12] Linda S. Benner, T. Suzuk, K. Meguro, S. Tanaka (1991), *Precious Metals Science and Tecchnology*, 1st. Ed. The international Precious Metals Institute.

[13] Zeev B. Alfassi, Chien M. Wai (1992) *Preconcentration Techniques for Trace Elements*, 1st Ed. CRC Press Boca Raton.

[14] G.E.M. Hall & J.C (1994) Pelchat, Analysis of geological materials for gold, platinum and palladium at low ppb levels by fire assay- ICP mass spectrometry. *Chemical Geology*, Vol. 115,1994.

[15] H. L. Hoffman, R.G.V. Hancock, A. Manson (1978) The Determination of all the Platinum Group Elements and Gold in Rocks and Ore by Neutron Activation Analysis after Preconcentration by a Nickel Sulphide Fire-assay Technique on Larges Samples. *Analitica Chimica Acta*, Vol. 102, 157-166.

[16] P Albert, J.C. Bajard, R. Delmas, M. Fedoroff 1993. Studies on Iridium and Platinum Determination in Metallic Rhodium by NNA and CPAA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Articles*, Vol. 168, No.2, 337-356.

[17] Lederer Charles Michael, Virginia S. Shirley (1978), *Tables of Isotopes*, J. Wiley, New York.

[18] Katharyne Way (1971), *Nuclear Data Tables*, Academic Press, New York and London.