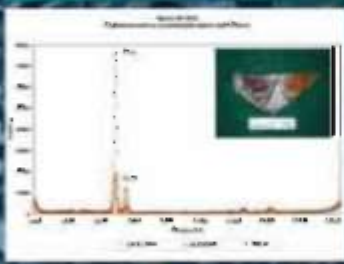


Informe Científico Tecnológico 2007

Instituto Peruano de Energía Nuclear



FÍSICA Y QUÍMICA

CIENCIA DE LOS MATERIALES

INGENIERÍA NUCLEAR

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

APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA

**SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCIÓN
RADIOLÓGICA**

ASPECTOS GENERALES



INFORME CIENTÍFICO TECNOLÓGICO 2007

INSTITUTO PERUANO DE ENERGÍA NUCLEAR – IPEN

Presidente: Dr. Conrado Seminario Arce

Director Ejecutivo: Ing. Iván Llamas Montoya

Comité Editor: Antonio Prado Cuba
Anita Robles Ñique
José Solís Véliz
Ingrid Petzoldt Díaz
Eduardo Cunya Carmona
Marco Linares Agüero
Carlos Linares Álvarez

ISSN 1684-1662 Hecho el Depósito Legal en la Biblioteca Nacional del Perú N° 2008-15768
Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú
2008, noviembre, Lima-Perú
FS Editores, Jr. Rufino Torrico 462, Of. 62, Lima 01, Perú

© Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN)

Telefax 2252459

Página Web: <http://www.ipen.gob.pe>

E-mail: postmaster@ipen.gob.pe

Se permite la reproducción parcial y referencial, con la obligación de citar la fuente “**Informe Científico Tecnológico 2007**” del Instituto Peruano de Energía Nuclear.

Los trabajos publicados en el Informe Científico Tecnológico 2007 han sido desarrollados en el IPEN; en algunos casos, en colaboración con otras instituciones nacionales y extranjeras. Los editores señalan explícitamente que el contenido, métodos y resultados expuestos por los autores de los artículos, son de su responsabilidad.

Impreso en Lima - Perú
Noviembre 2008

CONTENIDO

| | Página |
|--|---------------|
| PRESENTACIÓN | IV |
| ÍNDICE DE TRABAJOS | V |
| I. FÍSICA Y QUÍMICA | 1 |
| II. CIENCIA DE LOS MATERIALES | 53 |
| III. INGENIERÍA NUCLEAR | 109 |
| IV. APLICACIONES EN MINERÍA, INDUSTRIA Y MEDIO AMBIENTE | 145 |
| V. APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA | 177 |
| VI. SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCIÓN RADIOLÓGICA | 241 |
| VII. ASPECTOS GENERALES | 251 |
| ANEXOS | 273 |
| ÍNDICE DE AUTORES | 295 |

PRESENTACIÓN

El Instituto Peruano de Energía Nuclear, como tal, inició sus actividades en 1975, teniendo como base los 20 años de existencia de la institución anterior, la Junta de Control de Energía Atómica, que había desarrollado una importantísima labor de promoción y difusión de la tecnología nuclear, pero que sin embargo no disponía de laboratorios ni equipos apropiados para continuar realizando la tarea encomendada por el Estado Peruano.

Por tal razón, desde sus inicios el IPEN afrontó el reto de lograr una infraestructura moderna, adecuada al nivel tecnológico del momento, que le permitiera avanzar rápidamente en conocer, dominar, aplicar y transferir las múltiples aplicaciones pacíficas de la Energía Nuclear, que pudieran ser requeridas en el país para contribuir a su desarrollo.

Ante este gran reto, la institución preparó el Plan Nuclear del Perú, el cual consideraba una primera etapa en la cual tenía que diseñarse, construirse, equiparse y ponerse en operación un Centro Nuclear de Investigaciones, tarea de gran envergadura que el Estado Peruano declaró de interés y necesidad nacionales, concertó su financiamiento y encargó al IPEN la planificación, ejecución y administración del Proyecto, que se constituiría en la más grande inversión en ciencia y tecnología del país.

Ahora, 33 años después de ello, tenemos el Centro Nuclear “Oscar Miro Quesada de la Guerra”, RACSO, inaugurado en el año 1988, el cual cuenta con instalaciones principales como el Reactor Nuclear R.P.10, la Planta de Producción de Radioisótopos, el Centro de Seguridad Nuclear y Protección Radiológica, la Planta de Gestión de Residuos Radiactivos, así como múltiples laboratorios equipados para efectuar diversas técnicas nucleares y afines, que se aplican para prestar servicios tecnológicos especializados o para el desarrollo de importantes temas de investigación.

El Plan Nuclear del Perú, también consideró por supuesto, el importantísimo aspecto de la capacitación y alta especialización del personal necesario e indispensable para aprovechar la infraestructura tecnológica y así se pudo formar los cuadros básicos de personal en los diferentes temas que maneja la ciencia y tecnología nuclear.

Después de poner operativas todas las instalaciones y el equipamiento disponible, se continuó en los años siguientes con las actividades de producción de radioisótopos, radiofármacos, Agentes Para Radiodiagnóstico y otras moléculas químicas marcadas con isótopos radiactivos. Así mismo se establecieron también diversas técnicas y procedimientos de tecnología nuclear como servicios especializados que se comenzaron a brindar a los campos de la medicina, agricultura, alimentación, hidrología, minería y diversas industrias como las del petróleo y cemento, servicios que en la actualidad se continúan brindando.

Adicional y complementariamente a lo antes mencionado, la institución en cumplimiento de su función de “promover, organizar, coordinar y controlar todas las investigaciones científicas, desarrollos y aplicaciones tecnológicas y procesos industriales que posibiliten el uso de la Energía Nuclear en beneficio del desarrollo y bienestar del país”, ha desarrollado Programas de Investigación y Desarrollo, principalmente de temas de física, química, biología, medicina, agricultura, industria, medio ambiente, instrumentación, ingeniería, protección radiológica y seguridad nuclear. En todos estos Programas se han

ejecutado múltiples trabajos, los cuales se comenzaron a reportar de manera anual y regular desde el año 1992 en una publicación denominada Informe Científico Tecnológico del Instituto Peruano de Energía Nuclear, con registro ISSN 1684-1662 del International Standard Serial Number.

Las orientaciones de los Programas desarrollados han variado a lo largo de los años de acuerdo a la determinación de las necesidades y priorizaciones y su amplitud ha dependido de los recursos presupuestales de la institución y de la cooperación técnica del Organismo Internacional de Energía Atómica. En todos los casos se ha tratado de ejecutar investigaciones aplicadas que tengan un elevado porcentaje de contribución a la resolución de problemas tecnológicos existentes en el país.

El Informe Científico Tecnológico que ahora presentamos corresponde al conjunto de actividades desarrolladas por nuestros profesionales especialistas e investigadores científicos durante el año 2007 y se refiere a un periodo de transición entre uno en el que se realizaron trabajos de investigación que se habían apartado del uso y aplicación estricta de la tecnología nuclear y otro periodo que comienza con nuevos lineamientos de política institucional, que en el aspecto de la investigación y desarrollo define líneas de investigación que abarcan parte de los ámbitos tradicionalmente trabajados en la institución, a los cuales se han incorporado ámbitos relacionados con la energía, la minería y los materiales, entre otros.

El Informe del año 2007 reporta 50 trabajos realizados, los cuales para los efectos del informe han sido agrupados en las siete siguientes áreas temáticas: Física y Química, Ciencia de los Materiales, Ingeniería Nuclear, Aplicaciones en Minería, Industria y Medio Ambiente, Aplicaciones en Medicina y Biología, Seguridad Nuclear y Protección Radiológica y Aspectos Generales. Algunos de los trabajos han sido desarrollados en el marco de convenios con universidades y otros centros de investigación, por lo que han contado con la importante participación de profesionales de esas entidades, en una clara integración de los esfuerzos nacionales disponibles para trabajar en cooperación científica y tecnológica.

Este resultado que se presenta a la comunidad científica nacional, ha sido obtenido en un periodo en el que el desarrollo de la actividad institucional se está enmarcando en un Sistema de Gestión de Calidad en concordancia con la misión y visión del IPEN y que con el compromiso de participación de todo su personal, logrará progresivamente la certificación y acreditación necesarias para tener una institución consolidada y competitiva. Esperamos que en el futuro inmediato se den mejores condiciones que nos permitan continuar efectuando una actividad científico tecnológica de máxima calidad y de gran utilidad para el desarrollo del país.

Conrado Seminario Arce
Presidente del IPEN

Índice de Trabajos

| | Página |
|--|-----------|
| I. FÍSICA Y QUÍMICA | 1 |
| 1. Avances en el análisis multielemental de los restos óseos atribuidos al conquistador Don Francisco Pizarro para un estudio de contaminación post-mortem, régimen dietario y paleopatologías, mediante métodos no destructivos de fluorescencia de rayos X Paula Olivera, Raúl Greenwich | 3 |
| 2. Monte Carlo Simulation to relate primary and final fragments mass and kinetic energy distribution from low energy fission of ^{234}U Modesto Montoya, Justo Rojas, Iván Lobato | 9 |
| 3. The set Au - Zr – Mo - Cr - Lu as multiple reactor flux monitor. The performance of ^{96}Zr and the analysis of inconsistencies Eduardo Montoya, Pablo Mendoza, Patricia Bedregal, Marco Ubillús, Blanca Torres, Isaac Cohen | 15 |
| 4. Las deformaciones y la energía coulombiana entre fragmentos de fisión Modesto Montoya | 20 |
| 5. Conformación y evaluación de un sistema de análisis no destructivo basado en la emisión de rayos-X inducida por partículas alfa. Reporte Preliminar Eduardo Cunya, Marco Munive, Paula Olivera | 22 |
| 6. “Termometría Arqueológica” aplicada a pastas de cerámicas Nasca mediante difracción electrónica Alcides López, Julio Santiago | 25 |
| 7. Análisis de pigmentos en cerámicos pre-colombinos por Fluorescencia de Rayos X mediante métodos no destructivos Paula Olivera | 30 |
| 8. Identificación morfológica de microorganismos mediante neutrografía Marco Munive, Kety León, Oscar Baltuano | 37 |
| 9. Importancia de la técnica de activación neutrónica para el análisis de elementos traza en materiales biológicos Blanca Torres, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Marco Ubillus, Eduardo Montoya | 42 |
| 10. Application of the Allen – Oxley Iterative Method of phase retrieval to series of images obtained by focus variation Iván Lobato, Eduardo Montoya | 47 |
| II. CIENCIA DE LOS MATERIALES | 53 |
| 11. Solar water disinfection studies with supported TiO_2 and polymer-supported Ru(II) sensitizer in a compound parabolic collector Juan Rodríguez, Clido Jorge, Patricia Zúñiga, Javier Palomino, Pedro Zanabria, José Solís, Walter Estrada | 55 |
| 12. Síntesis y caracterización de microfibras de TiO_2/PVA y Acetato de Zinc/PVA fabricados por la técnica de electrogirado Ricardo Egoavil, Alcides López, Juan Rodríguez | 63 |
| 13. Estudio de la morfología de la película delgada de óxido de zinc obtenida por spray-gel. Reporte Preliminar Robert Paria, José Solís | 68 |

| | |
|--|------------|
| 14. Caracterización de la densidad de maderas amazónicas peruanas mediante la atenuación de la radiación gamma y neutrónica | 72 |
| Javier Gago, Marco Munive, Alcides López, Moisés Acevedo, Boris Villa, Juan Rodríguez | |
| 15. Síntesis de nanovarillas de ZnO y su aplicación en la desinfección fotocatalítica del agua | 79 |
| Julio Alarcón, Francisco Paraguay-Delgado, Alcides López, Juan Rodríguez | |
| 16. Síntesis radiolítica de nanopartículas de plata estabilizadas con polivinil pirrolidona | 86 |
| Julieta Cabrera, Alcides López, Julio Santiago | |
| 17. Síntesis y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico – polivinil pirrolidona obtenidos con radiación gamma | 92 |
| Julieta Cabrera, Angel Mondino, Eduardo Smolko, Julio Santiago | |
| 18. Fotodegradación del azul de metileno con soles de TiO₂ | 98 |
| Angel Ramos, Wilson Carhuapoma, Alcides López, Julio Santiago | |
| 19. Simulación con el método de dinámica molecular de los procesos de nucleación y crecimiento de las nanopartículas de Ag a partir de la fase gaseosa | 103 |
| Justo Rojas, Iván Lobato | |
| III. INGENIERÍA NUCLEAR | 109 |
| 20. Medición del factor de pico y la potencia neutrónica de un reactor nuclear | 111 |
| Agustín Zúñiga, José Lamas, Esteban Cerrón, Israel Huapaya | |
| 21. Caracterización neutrónica del conducto tangencial del reactor nuclear RP-10 | 119 |
| Agustín Zúñiga | |
| 22. Avances en la construcción del sistema neumático de transporte de muestras para el reactor RP-10 | 127 |
| Javier Gago, Mario Mendoza, Ever Cifuentes, Yuri Hernández, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Oscar Baltuano | |
| 23. Determinación del quemado de los elementos combustibles del reactor nuclear RP-10 mediante el método de espectrometría gamma | 133 |
| Mariano Vela, Alberto Gallardo, José Castro, Luis Terremoto | |
| 24. Medición indirecta de la actividad de iridio-192 con un teledetector versátil de 12 metros | 138 |
| Luis Zapata, Rolando Arrieta, Agustín Urcia, Fernando Ramos, Edgard Ovalle | |
| 25. Instalación de la facilidad de análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos | 141 |
| Marco Munive, José Solís, Javier Gago | |
| IV. APLICACIONES EN MINERÍA, INDUSTRIA Y MEDIO AMBIENTE | 145 |
| 26. Aplicación del análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (PGNAA) para el perfilaje de perforaciones de voladura en una cantera de Cementos Lima. Reporte Preliminar | 147 |
| César Zanabria, Rafael Medina, Leoncio Gilvonio, Marco Munive, Oscar Baltuano, José Solís | |
| 27. Estudio de la hidrodinámica de aguas subterráneas en una mina de cobre y oro | 151 |
| Jacinto Valencia, Enoc Mamani, Jorge Condori | |

| | |
|---|------------|
| 28. Estudio de filtraciones utilizando tritio como radiotrazador en mina polimetálica del norte de Perú | 156 |
| Jacinto Valencia, Enoc Mamani, José Maguiña | |
| 29. Evaluation of the quality of water in the ecosystem composed by “El Dollar” mine and “San Francisco” lagoon (Castrovirreyna, Huancavelica, Peru) | 159 |
| Marco Espinoza, Milagros Quintana, José Osoreo | |
| 30. Desarrollo de un sistema portátil de análisis de calidad de agua | 166 |
| Germán Comina, Jackelin Venero, Hugo Alarcón, José Solís | |
| 31. Uso de la irradiación para mejorar la calidad de harina de yuca “<i>Manihot sculenta Frantz</i>” | 173 |
| Johnny Vargas, Marco Linares, Mónica Vivanco, Flor Quispe | |
| V. APLICACIONES EN MEDICINA Y BIOLOGÍA | 177 |
| 32. Posiciones adicionales en la linfoscintigrafía para detectar ganglios centinela en pacientes con cáncer de cuello uterino | 179 |
| Idelso Carlos, Liz Bravo, Silvia Santana, Daniel Santos, Arlene García, Rosanna Morales, Roque Cano | |
| 33. Genomic DNA extraction from seed leaves of <i>Gossypium barbadense</i> L. for radioinduced mutations studies | 183 |
| Félix Alvarez, Omar Leyva, José Osoreo | |
| 34. Efecto de la radiación gamma en la actividad antimicrobiana y antioxidante de la sangre de grado | 187 |
| Kety León, Patricia Castillo, Julio Santiago | |
| 35. Descripción de la estructura cromosómica de los camélidos sudamericanos | 192 |
| Marco Espinoza, Nilda Oliveros, Nino Arias | |
| 36. Aislamiento e identificación de bacterias en el reactor RP-10 del Centro Nuclear “RACSO” | 200 |
| Midalit Medina, Milagros Quintana, Johanna Sánchez, Juan Agapito, Ángel Revilla, Marco Espinoza | |
| 37. Actividad antimicrobiana de propóleo en solución etanólica y en películas de quitosano-alcohol polivinílico | 207 |
| Kety León, Julio Santiago | |
| 38. Tratamiento de quemaduras con películas obtenidas por radiación gamma conteniendo sangre de grado. Reporte Preliminar | 211 |
| Nancy Rojas, Kety León, Eglinton Villacaqui, Julio Santiago | |
| 39. Esterilización mediante radiación gamma de un extracto liofilizado de placenta humana. Reporte Preliminar | 216 |
| Emma Castro, Nohemí Ticona, Marco Linares | |
| 40. Evaluación del polimorfismo de un panel de marcadores microsatélites para uso en identificación y parentesco en alpacas (<i>Lama pacos</i>) | 221 |
| Juan Agapito, Jorge Rodríguez, José Espinoza | |
| 41. Descontaminación por radiación gamma y caracterización de un gel de <i>Aloe vera</i>. Reporte Preliminar | 225 |
| Emma Castro, Nancy Pérez, Marco Linares, Anita Robles, Patricia Bedregal | |

| | |
|---|------------|
| 42. Descontaminación mediante radiación gamma del flavonoide rutina para aplicaciones médicas | 230 |
| Emma Castro, Marco Linares, Anita Robles, Johnny Vargas, Mónica Vivanco | |
| 43. Irradiación del acetato de medroxiprogesterona con rayos gamma para uso médico | 235 |
| Emma Castro, Marco Linares, Anita Robles, Jhonny Vargas, Mónica Vivanco | |
| VI. SEGURIDAD NUCLEAR Y PROTECCIÓN RADIOLÓGICA | 241 |
| 44. Dosimetría química en un irradiador de Cobalto-60 seco modelo Gammabeam-127 | 243 |
| Marco Linares, Johnny Vargas, Mónica Vivanco, Liz Villanueva, Daniel Alama | |
| 45. Lixiviación del ¹³⁷Cs en matrices cementadas | 248 |
| Mario Mallaupoma | |
| VII. ASPECTOS GENERALES | 251 |
| 46. Red Iberoamericana de Laboratorios de Análisis de Radiactividad en Alimentos “RILARA | 253 |
| Amanda Iglicki, Ana de Melo Ferreira, Isis Fernandez, Luis Vásquez, María Romero, Jaime Aguirre, José Osore, Yasmine Flores | |
| 47. Sistema “Labconco SADQ-I” | 258 |
| José Pardo, Ever Cifuentes, Guilmer Agurto, Buenaventura Guevara | |
| 48. Tecnología de radiotrazadores aplicado a la conservación del medio ambiente en el sector minero-metalúrgico | 262 |
| Jorge Condori | |
| 49. La química analítica y la investigación en el Perú | 265 |
| Blanca Torres | |
| 50. Rechazos y demoras en el transporte de materiales radiactivos en la Región Latinoamericana y el Caribe | 269 |
| Mario Mallaupoma, Jorge López, Ana Sobreira | |

I. Física y Química

Avances en el análisis multielemental de los restos óseos atribuidos al conquistador Don Francisco Pizarro para un estudio de contaminación post-mortem, régimen dietario y paleopatologías, mediante métodos no destructivos de fluorescencia de rayos X

Paula Olivera^{1,*}, Raúl Greenwich^{2,3,4}

¹ Laboratorio de Fluorescencia de Rayos X - Instituto Peruano de Energía Nuclear

² Proyecto Académico de Investigación Bioarqueológico e Historiográfico Francisco Pizarro-PAIBHFP

³ E.A.P. Arqueología – Fac. Ciencias Sociales – Universidad Nacional Mayor San Marcos

⁴ Equipo Peruano de Antropología Forense

Resumen

El análisis químico elemental de huesos proporciona información muy importante, que permite estudiar temas como contaminación post mortem, régimen dietario y diversas patologías que se observan a simple vista basándose en la concentración de los elementos presentes identificados plenamente. Los restos óseos atribuidos al conquistador Don Francisco Pizarro fueron analizados en un equipo de Fluorescencia de Rayos X en Energía Dispersiva, utilizando una fuente de Cd-109 de 25 mCi. Los espectros se analizaron mediante el programa IAEA-AXIL-QXAS. La cuantificación se realizó con las opciones de Análisis Cuantitativo Simple, con el método de sensibilidad elemental. Se observó principalmente, la presencia de los elementos Ca, Fe, Cu, Zn, Sr y Pb denotando una alimentación de tendencia vegetariana y la presencia de elementos de los materiales de entorno.

Summary

The elementary chemical analysis of bones provides very important information that allows studying topics like post mortem contamination, diet and diverse paleopathologies that are observed at first sight based on the concentration of the present elements identified fully. The bony remains of the conqueror Don Francisco Pizarro were analyzed in an Energy Dispersive X Ray Fluorescence System using a Cd-109 source of 25 mCi. The spectra were analyzed by IAEA-AXIL-QXAS Software. The quantification was carried out with the options of Simple Quantitative Analysis, with the method of elementary sensibility. It was observed mainly, the presence of the elements Ca, Fe, Cu, Zn, Sr and Pb denoting a vegetarian diet and the presence of the around materials.

1. Introducción

Toda actividad humana deja siempre vestigios de su existencia en los objetos creados y/o usados por el hombre a lo largo de su vida (objetos materiales que con el paso del tiempo pasan a convertirse en reductos de actividad social, los cuales son de suma importancia para el trabajo de investigación arqueológica, tomando la forma de registro arqueológico) y en las alteraciones de su propio cuerpo (material óseo, por ejemplo) producto de las actividades practicadas y del cuidado al que era sometido.

En el caso de una obra arquitectónica al estudiar la forma, la técnica, los materiales, adosamientos, volumen, etc.; se logra conocer el cómo se organizó la sociedad para realizarla (quienes dirigen, quienes

construyen, quienes traen el material, que artefactos emplearon y el porqué la construyeron). Así mismo en los restos óseos humanos, al examinar morfología, espesor, marcas musculares, marcas de infecciones, malformaciones, etc.; se logra aproximar al conocimiento de las actividades que realizó el individuo, enfermedades que padeció, cómo se nutria, así como aproximarnos a los ritos funerarios practicados por la sociedad de su tiempo y establecimiento de diferencias de estatus (cuando este tipo de estudios se realiza con varios individuos, es posible obtener índices de tipo demográfico).

El conocimiento de nuestro objeto de estudio es de suma importancia en la investigación

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

arqueológica, pues nos permite acercarnos a los aspectos materiales de la vida social de los grupos que estudiamos y teniendo en cuenta que, de acuerdo con la facilidad o dificultad de acceso a recursos necesarios para la vida (en nuestro caso ponemos énfasis en la alimentación y el abrigo que van a dejar huellas en los restos óseos) y a recursos que denotan prestigio (joyas, artefactos rituales, etc.), un grupo humano tendría que trabajar más, mientras otro trabajar menos, unos tendrían mejores condiciones para cuidar su cuerpo (de acuerdo con las tareas más o menos duras), en contraste de otros que estarán expuestos a más lesiones laborales y enfermedades. Estas diferencias de acceso a recursos están determinadas por la posición que los individuos tienen dentro de su escala social y el proceso de producción o por diferencias de estatus [1].

La información que se obtiene del material óseo es tan importante como la información que puede proporcionar otros vestigios de la actividad humana, tanto más aun por ser este material, un vestigio del mismo hombre que realizó la actividad y cuya influencia se puede ubicar en sus propios restos.

Por otro lado, sabemos que mediante un análisis químico elemental de huesos se puede conseguir información muy importante para estudiar temas como contaminación, dieta y diversas patologías que se observan a simple vista. Cuando en una muestras ósea, elementos como Zn y Cu se presentan en mayores concentraciones estas corresponden a poblaciones con un mayor consumo de carne, mientras que la presencia de Mg, V, Mn, Ba y fundamentalmente el Sr en concentraciones mayores corresponden a poblaciones con un mayor consumo de vegetales [2].

La técnica de Análisis por Fluorescencia de Rayos X, conocida por su carácter no destructivo es ampliamente solicitada para la determinación de los elementos de interés para este estudio [3]. Consiste en irradiar una parte de la superficie de la muestra con un haz de rayos X o fotones gamma de energía suficiente como para extraer un electrón interno de los átomos en estudio provocando la inestabilidad instantánea de los mismos para emitir sus rayos X característicos que permiten identificarlos y cuantificarlos.

2. Metodología

Tomando en cuenta lo mencionado se propuso el “*Proyecto académico de investigación bioarqueológico e historiográfico Francisco Pizarro-PAIBHFP*”, el cual es un proyecto de investigación científica multidisciplinario que se ha planteado como parte de los estudios universitarios de Arqueología en la Universidad Nacional Mayor de San Marcos teniendo como principal propósito la reconstrucción de la vida biográfica y osteobiográfica del conquistador Señor Marques Don Francisco Pizarro -quien nació y vivió entre los años 1478 o ¿1482? y 1541- sobre la base de estudios historiográficos, arqueológicos y bioantropológicos; para lo cual se requiere llevar a cabo un estudio sistemático y paulatino de las fuentes documentales (crónicas, archivos históricos, publicaciones recientes, documentos éditos e inéditos, etc.) que se tiene sobre su vida, así como un análisis minucioso del material óseo recuperado de su tumba, para establecer relaciones que nos permitan dar un diagnóstico más certero:

Lo que se busca con este estudio bioarqueológico es:

1. Caracterizar el perfil osteobiológico del individuo [4,5] y ampliar los estudios sobre rasgos individualizantes, bioindicadores de actividad social y paleopatologías [6].
2. Identificar el mecanismo lesionario.
3. Ampliar los estudios radiológicos, físico químicos (elementos traza), entre otros, con el objeto de caracterizar el tipo de dieta que tuvo el individuo en vida, y así establecer el grado de acceso a recursos alimenticios y el tipo de nutrición que debió tener; ampliando la información que nos permita mejores elementos de juicio para elaborar un informe más fidedigno científicamente, sobre la autenticidad de los restos.

Por lo que es necesario contar con métodos de análisis químicos cualitativos y cuantitativos, además de utilizar metodología propiamente arqueológica, y contar con el uso de técnicas y métodos de estudio propios

de la antropología física, la radiología y afines, para el estudio del material óseo.

3. Detalle Experimental

3.1 Muestras

Se contó con todo el esqueleto (Figura 1) de un individuo de aproximadamente 58 años de edad, que de acuerdo con los estudios que hasta ahora se le han practicado, corresponden al Sr. Francisco Pizarro uno de los conquistadores del Perú. La Tabla 1, muestra las piezas irradiadas.

3.2 Equipos y materiales

Fuente de excitación:

Cd-109

Actividad : 25 mCi

Período de semidesintegración : 453 d

Sistema de Espectrometría de Rayos X:

- Detector de Silicio – Litio, marca ORTEC, Modelo SLP 10190.
- Fuente de alto voltaje Marca ORTEC, Modelo 459.
- Amplificador marca CANBERRA, Modelo 2026.
- Portanim CANBERRA Modelo 2100.
- Osciloscopio Marca TRIO Modelo CS-1830.
- Tarjeta multicanal Modelo PCA II (The NUCLEUS) incorporado a una PC.

3.3 Procedimiento

Cada una de las piezas fue limpiada cuidadosamente con una brocha de cerdas de



Figura 1: Componentes óseos del individuo en estudio.

camello en la zona elegida para la irradiación: el criterio de selección fue básicamente el objetivo del estudio y la densidad de la superficie.

Se ubicó la pieza de tal manera que el área de estudio sea expuesta directamente a la radiación, para provocar la fluorescencia de Rayos X característicos de los elementos presentes en ella (Figuras 2 y 3). Se utilizó tiempos de irradiación entre 100 y 1000 s.

Tabla 1. Piezas analizadas.

| Código FRX | Pieza irradiada | Código FRX | Pieza irradiada |
|-------------------|--|-------------------|---|
| CD0270 | Radio derecho (sin paraloid) | CD0300 | Mandíbula/ ángulo gonial derecho/ raspado |
| CD0271 | Séptima costilla izquierda con paraloid | CD0301 | Mandíbula/ cuerpo derecho/ parte interna |
| CD0272 | Clavícula izquierda/ mitad medial/ vista superior | CD0302 | Cráneo/ parietal izquierdo/ raspado |
| CD0273 | Clavícula izquierda/ mitad lateral/ vista superior | CD0303 | Cráneo apófisis mastoides izquierda |
| CD0274 | Clavícula derecha/ mitad medial/ inferior | CD0304 | Fémur derecho/ epicóndilo lateral/ raspado |
| CD0275 | Clavícula derecha/ mitad lateral/ inferior | CD0305 | Tibia izquierda/ tercio medial/ vista lateral |
| CD0276 | Manubrio del esternón/ región lateral derecha de escotadura yugular | CD0306 | Calcáneo derecho/ vista lateral |
| CD0277 | Cuerpo esternal/ mitad proximal/ vista posterior | CD0307 | C3 apófisis articular inferior derecha/ corte |
| CD0278 | Cuerpo esternal/ altura 3ra costilla/ vista anterior | CD0308 | C3 apófisis articular inferior derecha/ corte |
| CD0279 | Escápula izquierda/ mitad distal/ vista posterior | CD0309 | Apófisis articular inferior derecha/ base |
| CD0280 | Escapula derecha/ mitad proximal/ vista anterior | CD0310 | L2/ vista posterior |
| CD0281 | Humero derecho/ tercio distal/ vista posterior | CD0311 | Fémur izquierdo |
| CD0282 | Humero izquierdo/ cabeza humeral con leve microporosidad/ vista medial | CD0312 | Fémur izquierdo/ extremo desgastado |
| CD0283 | Radio derecho/ tercio medial/ vista anterior | CD0313 | Coxal derecho/ limpio |
| CD0284 | Radio izquierdo/ cabeza/ vista medial | CD0314 | Coxal derecho/ area blanquecina |
| CD0285 | Cubito derecho/ cabeza/ vista anterior | CD0315 | Sacro/ base |
| CD0286 | Cubito izquierdo/ olécranon/ vista posterior | CD0316 | Peroné derecho/ tercio medial |
| CD0287 | C6 Superficie inferior del cuerpo vertebral | CD0317 | Tibia derecha/ extremo blanquecino |
| CD0288 | C2 Apófisis odontoides (diente)/ vista anterior | CD0318 | Tibia derecha/ extremo limpio |
| CD0289 | T8 Superficie superior del cuerpo/ crecimiento óseo + microporosidad | CD0319 | Coxal izquierdo/ arco / zona limpia |
| CD0290 | T9 superficie superior del cuerpo/ crecimiento óseo + micro y macroporosidad | CD0320 | Calcáneo izquierdo |
| CD0291 | T12 superficie superior del cuerpo/ crecimiento óseo y remodelación | CD0321 | Metatarso 1 |
| CD0292 | T12 Apófisis transversa derecha | CD0322 | Metatarso 2/ extremo limpio |
| CD0293 | Primer metacarpo izquierdo/ mitad proximal/ vista dorsal | CD0323 | Metatarso 3/ extremo limpio |
| CD0294 | Quinto metacarpo izquierdo/ cabeza/ vista palmar | CD0324 | Metatarso 4 |
| CD0295 | Primer metacarpo izquierdo/ mitad proximal/ vista palmar | CD0325 | Falange proximal y medial fusionadas |
| CD0296 | 11va. Costilla derecha/ cuerpo | CD0326 | Metatarso 5 |
| CD0297 | 11va. Costilla izquierda/ ángulo raspado | CD0327 | Metatarso 4 |
| CD0298 | T8 Apófisis transversa derecha/ raspada | CD0328 | Metatarso de otro individuo |
| CD0299 | T9 Apófisis transversa derecha/ raspado | CD0329 | Metatarso de otro individuo |
| | | CD0330 | Instrumento de limpieza/ metal |
| | | CD0331 | Instrumento de limpieza/ cabezal sin uso (rosado) |
| | | CD0332 | Instrumental de limpieza/ cabezal usado |
| | | CD0333 | Instrumental de limpieza/ cabezal usado |
| | | CD0344 | Cráneo/ con paraloid |
| | | CD0345 | Cráneo con paraloid/ reverso |
| | | CD0346 | Plastilina utilizada para el pegado de fragmentos óseos |
| | | CD0347 | Plastilina utilizada para el pegado de fragmentos óseos |
| | | CD0356 | Paraloid sólido |
| | | CD0357 | Acetona |



Figura 2: Irradiando el cráneo.



Figura 3: Arreglo instrumental para la irradiación de un área de estudio.

4. Resultados

Se está evaluando los espectros obtenidos para la discusión de resultados (Fig.4)

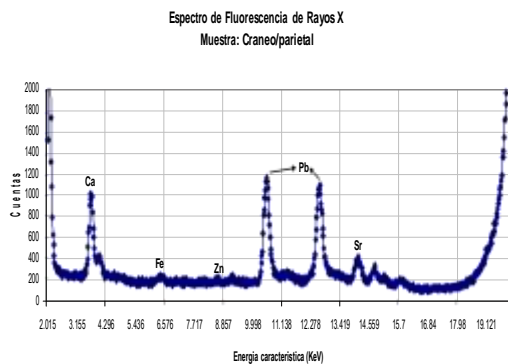


Figura 4: Espectro de FRX del Cráneo.

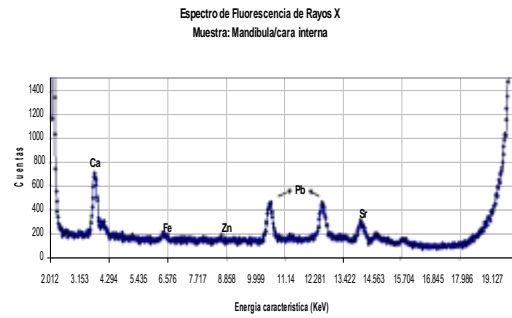


Figura 5: Espectro de FRX de la mandíbula.

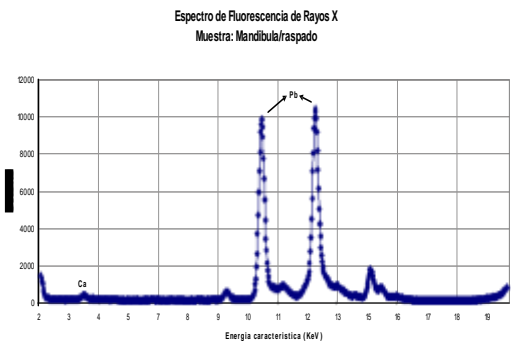


Figura 6: Espectro de la mandíbula en una zona raspada.

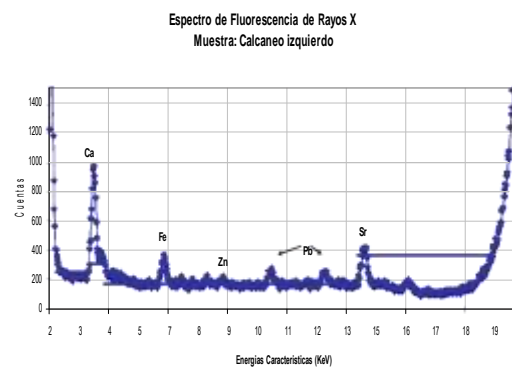


Figura 7: Espectro del Calcáneo limpio.

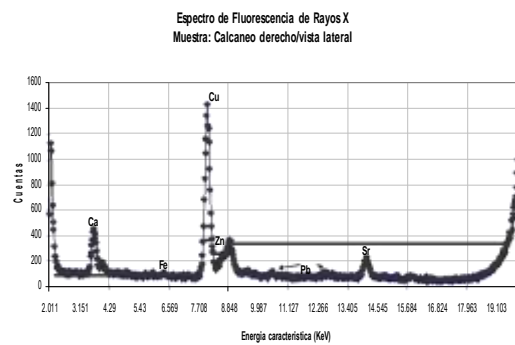


Figura 8: Espectro del Calcáneo en zona verdusca.

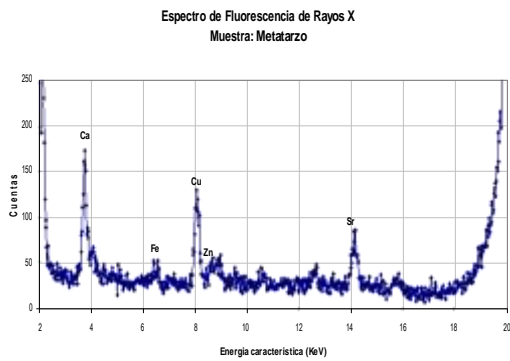


Figura 9: Espectro del 5to Metatarso en zona verdusca.

5. Observaciones y Análisis de espectros

- La presencia del Sr en una mayor proporción frente al Zn, nos sugiere una alimentación de tendencia vegetariana.
- En las Figuras 4 al 6 la presencia del Pb en altas proporciones nos induce a pensar en la posibilidad de que los restos óseos de la cabeza se hayan mantenido en un ambiente de Plomo o en contacto con materiales de este elemento.
- De la misma forma se puede decir de las figs. 7, 8 y 9 que se observa la presencia del Cu en los huesos del pie lo que indicaría contaminación por contacto con dicho metal.

6. Conclusiones Preliminares

- Su alimentación tiende a ser vegetariana debido a que se observa una alta proporción de Sr frente al Zn.
- La cabeza aparentemente ha sido conservada en un ambiente de Plomo o en contacto con materiales de dicho elemento.
- Los materiales de entorno tienen una fuerte influencia en la composición de un material arqueológico debido a procesos de difusión, intercambio iónico y de equilibrio químico en el tiempo.

7. Agradecimientos

Al Museo de Arte Religioso de la Basílica Catedral de Lima, por haber depositado su confianza en nuestro laboratorio para complementar los trabajos de investigación que vienen desarrollando con los restos óseos de Francisco Pizarro.

No quisiéramos dejar de agradecer la buena voluntad de nuestros amigos y colaboradores Rubén Matzumura y Fernando López, Administrador del Museo de la Basílica Catedral de Lima y Director del Archivo Arzobispal de la Basílica Catedral de Lima respectivamente. Sin la colaboración de ellos y su interés por conocer algo más sobre la vida del conquistador, llevar a cabo este proyecto no hubiera sido posible, al igual que ellos nuestros más sinceros agradecimientos a cada trabajador de la Basílica Catedral de Lima por su atención y apoyo en lo que dura nuestra investigación.

8. Bibliografía

- [1] Lull Vicente, Picazo Marina. Arqueología de la muerte y estructura social. Archivo Español de Arqueología. 1989; 62(159-160): 5-20.
- [2] Wing E, Brown A. Paleonutrition. Method and theory in prehistoric floodways. Cap .3 y 5. 1979.
- [3] Montalvo A. Análisis Multielemental de restos óseos por Fluorescencia de Rayos X para la reconstrucción de dietas del Período Temprano en la Cultura Lima. [tesis para optar el grado de Licenciado en Química]. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos; 1997
- [4] Arkansas Archeological Survey. Standards for data collection from human skeletal remains. Series No 44. 1994.
- [5] Bass, William M. Human Osteology. A Laboratory and Field Manual. Third edition 1987.
- [6] Campillo, Doménech. Introducción a la Paleopatología. Ediciones Bellaterra. 2001. Barcelona.

Monte Carlo Simulation to relate primary and final fragments mass and kinetic energy distribution from low energy fission of ^{234}U

Modesto Montoya^{1,2,*}, Justo Rojas^{1,3}, Iván Lobato¹

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Departamento de Física, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería

³ Facultad de Ciencias Físicas, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Apartado postal 14-0149, Lima 14, Perú

Resumen

La distribución de la energía cinética como función de la masa de los fragmentos finales (m) de la fisión a baja energía del ^{234}U , medida por Belhafaf *et al.* con el espectrómetro Lohengrin, presenta un pico alrededor de $m = 109$ y otro alrededor de $m = 122$. Los autores atribuyen el primer pico a la evaporación de un gran número de neutrones alrededor del correspondiente número de masa; y el segundo pico a la distribución de la energía cinética de los fragmentos primarios. Sin embargo, un cálculo teórico relacionado a la distribución primaria hecho por H.R Faust y Z. Bao no presenta un pico alrededor de $m = 122$. Para esclarecer la aparente controversia, hemos realizado un experimento numérico en la cual las masas y las energías cinéticas de los fragmentos son calculadas asumiendo una distribución inicial de energía cinética sin picos en la desviación estándar como función de la masa de los fragmentos. Como resultado hemos obtenido un pico en la distribución estándar alrededor de $m = 109$, y una deflexión de $m = 121$ a $m = 129$, y un pequeño pico alrededor de $m = 122$, el cual no es tan grande como el medido por Belhafaf *et al.* Nuestra simulación también reproduce el resultado experimental en el rendimiento de masas finales, el número promedio de neutrones emitidos como función de la masa provisional (calculada a partir de los valores de la energía cinética y los fragmentos complementarios finales) y el valor promedio de la energía cinética como función de la masa final.

Abstract

The kinetic energy distribution as a function of mass of final fragments (m) from low energy fission of ^{234}U , measured with the Lohengrin spectrometer by Belhafaf *et al.*, presents a peak around $m = 109$ and another around $m = 122$. The authors attribute the first peak to the evaporation of a large number of neutrons around the corresponding mass number; and the second peak to the distribution of the primary fragment kinetic energy. Nevertheless, the theoretical calculations related to primary distribution made by Faust *et al.* do not result in a peak around $m = 122$. In order to clarify this apparent controversy, we have made a numerical experiment in which the masses and the kinetic energy of final fragments are calculated, assuming an initial distribution of the kinetic energy without peaks on the standard deviation as function of fragment mass. As a result we obtain a pronounced peak on the standard deviation of the kinetic energy distribution around $m = 109$, a depletion from $m = 121$ to $m = 129$, and an small peak around $m = 122$, which is not as big as the measured by Belhafaf *et al.* Our simulation also reproduces the experimental results on the yield of the final mass, the average number of emitted neutrons as a function of the provisional mass (calculated from the values of the final kinetic energy of the complementary fragments) and the average value of fragment kinetic energy as a function of the final mass.

1. Introduction

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

Strutinsky prescription and discussed by Dickmann *et al.* [2] and Wilkins *et al.* [3].

In order to investigate the dynamics of the fission process, the distribution of final fragment kinetic energy (e) as a function of final fragment mass (m), from thermal neutron induced fission of ^{233}U , was measured by Belhafaf *et al.* [4], using the Lohengrin spectrometer. This distribution

* Correspondencia autor: mmontoya@ipen.gob.pe

was represented by the mean value of kinetic energy (\bar{e}) and the standard deviation (SD) σ_e as function of m . The results present a first peak on $\sigma_e(m)$ around $m = 109$ and a second one around $m = 122$, see Fig. 1.

The authors attribute the first peak to a large number of evaporated neutrons (ν) around the corresponding primary mass (A). Based on the small number of emitted neutron measured around $A = 122$, the second peak is attributed to the distribution of the primary fragment kinetic energy (E). However, theoretical calculations made by Faust *et al.* [5] do not result in a peak in SD for the distribution of primary fragment kinetic energy σ_E around $A = 122$.

In order to clarify this apparent controversy, it is crucial to find the relation between the primary and the final kinetic energy distributions; the relation between the primary $Y(A)$ and the final mass yield $Y(m)$; as well as the relation between the average value of the number of emitted neutron $\nu = \bar{\nu}$ as a function of the primary fragment mass and the values corresponding to the experimental results. To address this question we present Monte-Carlo simulation results for thermal neutron induced fission of ^{233}U , i.e. low energy fission of ^{234}U .

2. Monte Carlo simulation model

2.1 Fragment kinetic energy and neutron multiplicity

In the process of thermal neutron induced fission of ^{233}U , the excited composed nucleus $^{234}\text{U}^*$ is formed first. Then, this nucleus splits in two complementary primary fragments having A_1 and A_2 as mass numbers, and E_1 and E_2 as kinetic energies, respectively. Using relations based on momentum and energy conservation, the total kinetic energy of complementary fragments is,

$$TKE = E_1 + E_2 = \frac{A_1 + A_2}{A_1} E_2 \quad (1)$$

The total excitation energy is given by

$$TXE = Q + \varepsilon_n - TKE \quad (2)$$

where Q is the difference between fissioning nucleus mass and the sum of two complementary fragments masses, and ε_n is the separation neutron energy of ^{234}U .

From Eq. (1) and (2), taking into account that $A_1 + A_2 = 234$, results

$$TXE = Q + \varepsilon_n - \frac{234}{234 - A} E \quad (3)$$

where A and E are the primary mass number and kinetic energy, respectively, of one of the two complementary fragments. It is reasonable to assume that the excitation energy of one complementary fragment (E^*) is proportional to the total excitation energy, thus,

$$E^* \propto TXE = Q + \varepsilon_n - \frac{234}{234 - A} E \quad (4)$$

It is also reasonable to assume that the number (ν) of neutrons emitted by a fragment is proportional to its excitation energy, i.e.

$$\nu \propto E^* \quad (5)$$

From relations (4) and (5) we obtain a linear relation between ν and E :

$$\nu = a + b E \quad (6)$$

Taking into account that there is no neutron emission ($\nu = 0$) for fragments having the maximal kinetic energy ($E = E_{max}$) and assuming that $\nu = \bar{\nu}$ for the average value of fragment kinetic energy, the relation (6) results:

$$\nu = \bar{\nu} \left(\frac{E_{max} - E}{E_{max} - \bar{E}} \right) \quad (7)$$

Let the parameter β define the maximal value of kinetic energy by the relation

$$E_{max} = \bar{E} + \frac{\sigma_E}{\beta} \quad (8)$$

Then, the relation (7) may be expressed as

$$\nu = \bar{\nu} \left(1 - \beta \left(\frac{E - \bar{E}}{\sigma_E} \right) \right) \quad (9)$$

Because the neutron number N is an integer, it will be defined as the integer part of (9),

$$N = \text{Integer part of } (\alpha + \nu (1 - \beta \frac{E - \bar{E}}{\sigma_E})) \quad (10)$$

$$\sigma_E$$

where α is used to compensate the effect of the change from a real number ν to an integer number N .

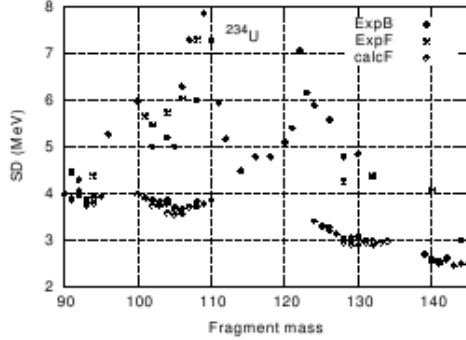


Figure 1: SD of the final fragment kinetic energy distribution as a function of the final mass m as measured by Belhafaf *et al.* [4](•), and Faust *et al.* [5] (*), respectively; and SD as a function of primary mass (\otimes) as calculated by Faust *et al.* [5]

2.2 Simulation process

In our Monte Carlo simulation the input quantities are the primary fragment yield (Y), the average kinetic energy (\bar{E}), the SD of the kinetic energy distribution (σ_E) and the average number of emitted neutron ($\bar{\nu}$) as a

function of primary fragment mass (A). The output of the simulation for the final fragments are the yield (Y), the SD of the kinetic energy distribution (σ_e) and the average number of emitted neutron ($\bar{\nu}$) as a function of final fragment mass m .

For the first simulation, we take Y and \bar{E} from Ref. [4]. The first SD σ_E curve is an extrapolation of calculation results obtained by Faust *et al.* [5]. Then, we adjust $Y(A)$, $\bar{\nu}(A)$, $\bar{E}(A)$ and $\sigma_E(A)$ in order to get $Y(m)$, $\bar{\nu}(m)$, $e(m)$, $\sigma_e(m)$ in agreement to experimental data.

In the simulation, for each primary mass A , the kinetic energy of the fission fragments is chosen randomly from a Gaussian distribution.

$$P(E) = \frac{1}{\sigma_E \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(E - \bar{E})^2}{2\sigma_E^2}\right)$$

where $P(E)$ is the probability density of energy with mean value \bar{E} and SD σ_E .

For each E value, the simulated number of neutrons N is calculated with the relation (10). The final mass of the fragment will be,

$m = A - N$. Furthermore, assuming that the fragments loose kinetic energy only by neutron evaporation and not by gamma emission or any other process, and neglecting the recoil effect due to neutron emission, the kinetic energy $e(m)$ of the final fragment will be given by,

$$e(m) = \left(1 - \frac{N}{A}\right) E \quad (12)$$

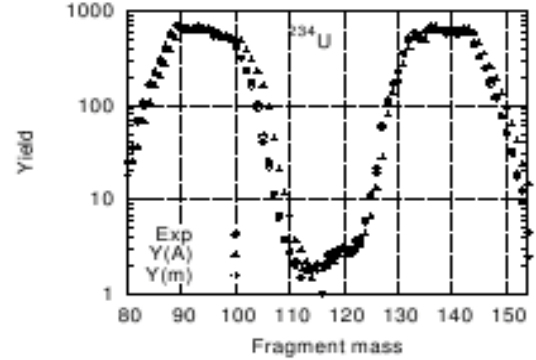


Figure 2: Simulation results for the primary (Δ) and final (\otimes) mass yields are presented together with experimental data (\bullet), taken from Ref. [4]

With the ensemble of values corresponding to m , e and N , we calculate $Y(m)$, $e(m)$, $\sigma_e(m)$ and $\bar{\nu}(m)$.

To obtain an acceptable statistics during the simulation, we have considered a total number of fission events of ^{234}U of the order of 10^8 , and we have computed the SD of all the relevant quantities by means of the following expression:

$$\sigma^2(m) = \frac{N_j(m)}{N_j(m)} \frac{\sum_{j=1}^j e^2(m)}{N_j(m)} - e^2(m) \quad (13)$$

where $\bar{e}(m)$ is the mean value of the kinetic

$$\exp\left[-\frac{(E - E_f)^2}{2\sigma^2}\right] \quad (11)$$

energy of final fragments with a given mass m , and $N_j(m)$ is the number of fission events corresponds to that mass.

$$\frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \exp\left[-\frac{(E - E_f)^2}{2\sigma^2}\right]$$

3. Results and interpretation

The simulated final mass yield curve $Y(m)$ and the primary one $Y(A)$ are illustrated in Fig. 2. As expected due to neutron emission, the $Y(m)$ curve is shifted from $Y(A)$ towards smaller fragment masses.

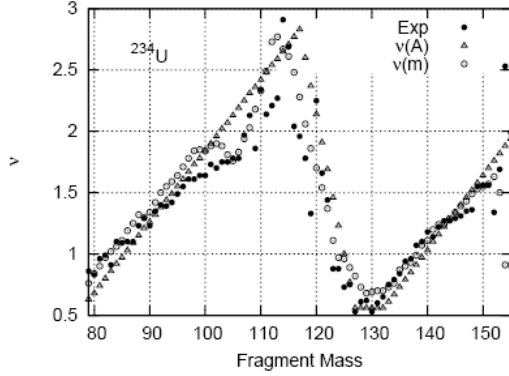


Figure 3: The average number of emitted neutrons from fission of ^{234}U : as a function of the primary fragment mass $A(\Delta)$, as function of final fragment mass (\otimes) both as result of simulation and experimental data (\bullet), taken Ref. [6].

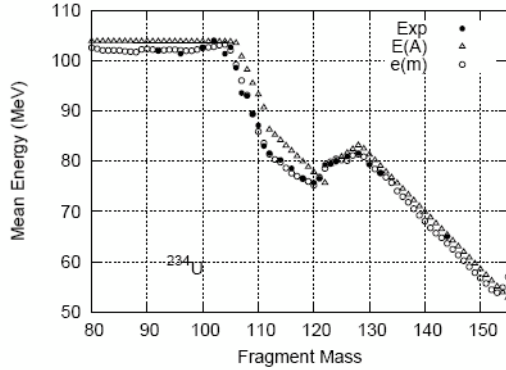


Figure 4: Mean kinetic energy of the primary fragments (Δ) and mean kinetic of the final fragment (\otimes), as a result of simulation in this work, to be compared to experimental data (\bullet and $*$) as measured by Belhafaf *et al.* [4] and Faust *et al.* [5], respectively.

The simulated average number of emitted

neutron $\bar{\nu}(m)$ curve is shifted from $\bar{\nu}(A)$ in a similar way as $Y(m)$ relative to $Y(A)$ (see Fig. 3). As stated in sect. II, the primary kinetic energy $E(A)$ is generated from a gaussian distribution, while the final kinetic energy

function of their corresponding masses are shown in Fig. 4. In general, the simulated average final kinetic energy curve as a function of final mass $\bar{e}(m)$ have roughly a shift similar to that of $Y(m)$ curve, and a diminishing given by relation (12) with $N = \bar{\nu}$.

Furthermore, Fig. 5 displays the standard deviation of the kinetic energy distribution of the primary fragments and the SD of the kinetic energy of the final fragments $\sigma_e(m)$.

The simulated initial distribution of the kinetic energy have not structures on the SD. The plots of $\sigma_e(m)$ reveal the presence of a

pronounced peak around $m = 109$ in agreement with the experimental results obtained by Belhafaf *et al.* [4], and Faust *et al.* [5], respectively. The peak on the SD around $m = 122$ resulting from simulation is not as big as the obtained by Belhafaf. Moreover a depletion on the SD in the mass region from $m = 121$ to $m = 129$ is obtained as a result of simulation. These results were obtained with a simulated primary fragment kinetic energy distribution (see Fig. 5, Δ) without peaks in the range of fragment masses A from 90 to 145. If one simulates an additional source of energy dispersion in σ_E , without any peak, no peak will be observed on σ_e .

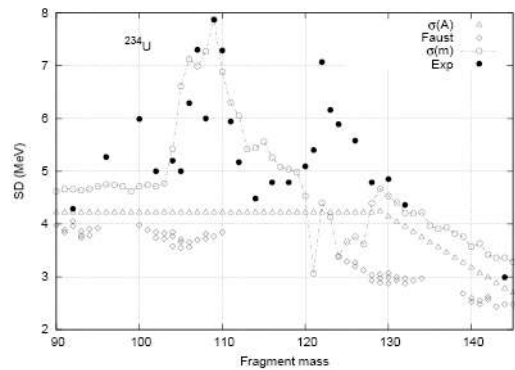


Figure 5: SD of primary fragments kinetic energy distribution (Δ), as simulated in this work, to be compared to results of calculations $e(m)$ is calculated through Eq. (12).

The Plots of the simulated mean kinetic energy for the primary and final fragments as

(\diamond) made by Faust et al. [5]; and SD of final fragment kinetic energy distribution (\otimes) to be compared to experimental data (\bullet and $*$) as measured by Belhafaf *et al.* [4] and Faust et al. [5].

Both the shape and height of the peaks of σ_e are sensitive to the value of (m)

parameter α and β appearing in Eq. (10).

The effect of β on peak depends much on mass region. For the region $m = 109$, a higher value of β will produce a larger peak of σ_e

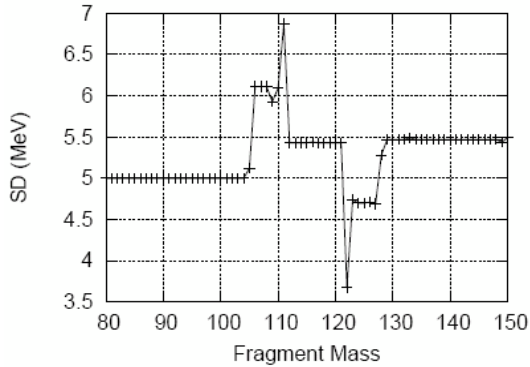


Figure 6: SD of final fragments kinetic energy distribution calculated assuming that i) $Y(A)$ is constant, ii) $\sigma_E(A)$ is constant, iii) fragments with $E > \bar{E}$ do not emit neutrons and fragments with $E < \bar{E}$ emit one neutron and iv) neutron emission have no recoil effect on fragment kinetic energy. $\bar{E}(A)$ values are taken from data.

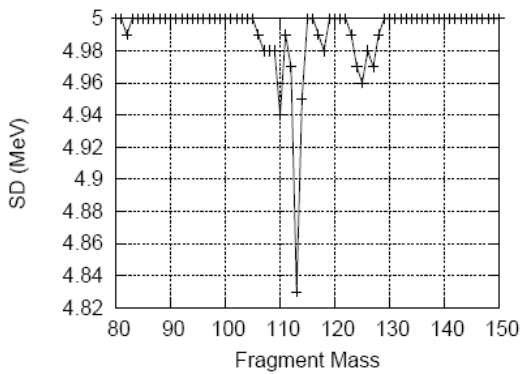


Figure 7: SD of final fragments kinetic energy

distribution calculated under the assumption that i) $\sigma_E(A) = 5\text{MeV}$, $\bar{E}(m+1) = \bar{E}(m)$ and ii) iii) neutron emission have no recoil effect on fragment kinetic energy. $Y(A)$ values are taken

corresponding to $A = 109$ and $A = 111$, respectively. A similar result was obtained ²³⁶

for low energy fission of ^{235}U in [7].

In order to interpret easily the influence of

variation of $\bar{E}(A)$ on $\sigma_e(m)$, we derive an analytical relation assuming that: i) $Y(A)$ is

constant, ii) σ_E is constant and iii) (m)

fragments with $E > \bar{E}$ do not emit neutrons and fragments with $E < \bar{E}$ emit one neutron. Then for each final mass there is a contribution from fragments with primary mass m that do not emit any neutron and from fragments with primary mass $m+1$ that emit one neutron. With these conditions we can show that,

$$\sigma_e(m) = \left[\sigma_E^2 - \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sigma_E \Delta \bar{E} \left(\frac{\Delta \bar{E}}{2} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (14)$$

where $\Delta \bar{E} = \bar{E}(m+1) - \bar{E}(m)$

The equation (14) corresponds to a parabola with a minimum value

$$\sigma_{e_{\min}} = \sqrt{1 - \frac{2}{\pi}} \sigma_E = 0.6\sigma_E \quad (15)$$

which occurs when

$$\Delta \bar{E} = 2 \sqrt{\frac{2}{\pi}} \sigma_E = 1.6\sigma_E \quad (16)$$

As we can see on Fig. 6, the σ_e curve, (m)

calculated with relation (14), presents a peak around $m = 109$ in agreement with the experimental data. In that region $\Delta \bar{E} < 0$, then from relation (14) $\sigma_e(m) > \sigma_E(A)$. The

depletion on the simulated σ_e on the (m)

mass region between $m = 121$ and $m = 129$ is explained by the fact that $\Delta \bar{E} > 0$. Using the

from data.

relation (14), we obtain that $\sigma_e(m) < \sigma_E(A)$.

The simulated results for $\sigma_e(m)$ presented in

Fig. 5 were obtained with $\alpha = 0.62$

$\beta = 0.35$. The presence of peaks about $m =$

109 could be associated with neutron emission characteristics (approximately $\bar{\nu} = 2$) and a very sharp fall kinetic energy from $E = 96$ Mev to $E = 90$ Mev,

In order to more easily evaluate the influence

of variation of Y on $\sigma_e(m)$, we derive an analytical relation assuming that (i) $Y(m+1) = rY(m)$, (ii) σ_E constant,

(iii) $E(m+1) = E(m)$ and (iv) neutron

emission have no recoil effect on fragment kinetic energy. Then we can show that

$$\sigma_e(m) = \sigma_E \left| \frac{2}{1-r} \right|^2 \quad (17)$$

The σ_e values calculated with relation

(m)
(17) are lower than $\sigma_E(A)$ and higher than

$$\sigma_e(m) \sqrt{1 - \frac{2}{A}} \sigma_E = 0.6\sigma_E \quad (18)$$

The SD curve calculated with this relation is presented on Fig. 7. Using the relation (18) we can estimate a peak at $m = 122$ assuming that around this mass Y increase very rapidly with A except that $Y(123) = Y(122)$. However, we can not reproduce the pronounced peak obtained by Belhafaf *et al.* [4].

4. Conclusions

Using a simple model for the neutron emission by fragments, we have carried out a Monte Carlo simulation fragments from thermal neutron induced fission of ^{233}U . In comparison with the primary fragments, the final fission fragments have eroded kinetic energy and mass values, as much as to give rise to the appearance of peaks in the SD of the final fragments kinetic energy as a function of mass $\sigma_{(m)}$ around $m = 109$.

This peak, which agrees with experimental results obtained by Belhafaf *et al.* [4] and Faust *et al.* [5], respectively is a consequence of neutron emission and variations of primary fragments yield $Y(A)$ and mean kinetic energy $\bar{E}(A)$ curves. As a results of the simulation one obtains a depletion on the SD in the mass region from $m = 121$ to $m = 129$, and an small peak on the SD around $m = 122$ which is not as big as the measured by Belhafaf *et al.* Our simulation reproduces also the experimental results on the yield of the final mass, the average number of emitted neutrons as a function of the provisional mass (calculated from the values of the final kinetic energy of the complementary fragments) and the average value of fragment kinetic energy as a function of the final mass.

5. Bibliography

- [1] Moller P, Madland DG, Sierk AJ, Iwamoto A. Nuclear fission modes and fragment mass asymmetries in a five-dimensional deformation space. *Nature*. 2001; 409:785-790.
- [2] Dickmann F, Dietrich K. Simple model explanation of shell effects in nuclear fission. *Nucl. Phys. A*. 1969; 129:241.
- [3] Wilkins BD, Steinberg EP, Chasman RR. Scission-point model of nuclear fission based on deformed-shell effects. *Phys. Rev. C*. 1976; 14:1832.
- [4] Belhafaf D, Bocquet JP, Brissot R, Ristori C, Cran J, Nifenecker H, Mougey J, Ramamurthy VS. Kinetic energy distributions around symmetric thermal fission of U^{234} and U^{236} . *Z. Physik A - Atoms and Nuclei*. 1983; 309:253.
- [5] Faust HR, Bao Z. Higher moments in the kinetic energy distribution of fission products. *Nucl. Phys. A*. 2004; 736: 55-76.
- [6] Nishio K, Nakashima M, Kimura I, Nakagome Y. Multi-parametric Measurement of Prompt Neutrons and Fission Fragments for ^{233}U . *Nucl. Sci. Tech*. 1998; 35(9): 631-642.
- [7] Montoya M, Rojas J, Saettone E. Monte Carlo simulation for fragment mass and kinetic energy distributions from the neutron-induced fission of ^{235}U . *Revista Mexicana de Física*. 2007; 53(5):366-370.

The set Au - Zr - Mo - Cr - Lu as multiple reactor flux monitor. The performance of ^{96}Zr and the analysis of inconsistencies

Eduardo Montoya^{1,*}, Pablo Mendoza¹, Patricia Bedregal¹, Marco Ubillús¹, Blanca Torres¹, Isaac Cohen^{2,3}

¹ Departamento de Química, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima, Perú

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

³ Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Buenos Aires, Departamento de Ingeniería Química. Avenida Medrano 951 (C1179AAQ) Buenos Aires, Argentina

Resumen

El uso simultáneo de Au, Zr, Mo, Cr y Lu, para la caracterización de facilidades de irradiación, con propósitos de análisis por activación neutrónica paramétrica, revela algunas inconsistencias sistemáticas en la determinación de los parámetros relevantes: flujos térmico y epitérmico, así como el exponente alfa (α), que describe el comportamiento no ideal del flujo neutrónico epitérmico. Se presenta un caso experimental que muestra que cuando los valores determinados son óptimos para la reacción $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$, pueden ser inaceptablemente discrepantes para las reacciones $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$ y $^{50}\text{Cr}(n,\gamma)^{51}\text{Cr}$ y viceversa. En las condiciones empleadas en este trabajo, se ha encontrado que el par de reacciones $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$ y $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$ no produce una solución única para los valores de los flujos neutrónicos térmico y epitérmico, independientemente de los valores que se asignen al parámetro α .

Abstract

The simultaneous use of Au, Zr, Mo, Cr and Lu, for the characterization of irradiation facilities with the purpose of parametric neutron activation analysis, reveals some systematic inconsistencies in the determination of the values of the relevant parameters: thermal and epithermal fluxes, as well as the exponent alpha (α), which describes the non ideal behaviour of the epithermal neutron flux. An experimental case is presented, showing that when the determined values are optimal for the reaction $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$, can be unacceptably discrepant for the reactions $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$ and $^{50}\text{Cr}(n,\gamma)^{51}\text{Cr}$, and vice versa. Under the conditions of this work, it has been found that the pair of reactions $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$ and $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$ does not lead to a single solution for the values of the thermal and epithermal neutron fluxes, independently of the values given for the parameter α .

1. Introduction

The use of the sets Zr - Au and Au - Cr - Mo as bare multi-isotopic neutron flux monitors, for the characterization of irradiation facilities, with purposes of parametric neutron activation analysis, is frequently mentioned in literature (see for example [1-5]). It has been recently reported [5] that the sets Zr - Au and Au - Cr - Mo lead to considerably different values for the parameters f (thermal to epithermal flux ratio, ϕ_t/ϕ_e) and α , an exponent which describes the departure of the epithermal neutron flux from the ideal behaviour. In order to study this reported inconsistency, a careful determination of the parameters f and α was performed in one of the irradiation facilities of the RP-10 nuclear research reactor at IPEN.

2. Experimental

All the literature data were extracted from the following sources: atomic weights, reference [6]; isotopic abundances, thermal cross sections (σ_0), $Q_0 = (\text{resonance integral/cross-section ratios, } I/\sigma_0)$, effective resonance energies, half lives, gamma intensities and k_0 values, reference [7].

The efficiency curve of the detector was initially determined at 210.7 mm, using standard sources of ^{133}Ba , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{137}Cs , ^{54}Mn , ^{65}Zn and ^{60}Co , from CANBERRA. Then, the activities of ^{165}Dy , ^{203}Hg , ^{51}Cr and ^{198}Au sources, prepared at the laboratory, were determined and used as secondary standards, together with the standard sources

* Corresponding author: emontoya@ipen.gob.pe

of ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{137}Cs , ^{54}Mn and ^{65}Zn , to calculate the efficiency curve at 57.7 mm (^{133}Ba was not employed, in order to avoid coincidence summing effects). The obtained efficiency curve is shown in figure 1.

Monitors of Zr, Au, and Lu, and a mixed Au-Cr - Mo monitor [8] were weighed with a calibrated analytical balance, placed inside an aluminium capsule and irradiated together at the position A9Y2 of the RP10 nuclear reactor, for 8820 seconds, at a thermal power of 320 kW. After suitable decay times, the induced activities were measured by high resolution gamma spectrometry, using an HPGe detector with a relative efficiency of 15 %. The counting distance was kept at 57.7 mm (from the detector cover). The experiment was carried out three times with very similar results. The characteristics of the monitors and the counting data for one of the replicates are respectively shown in tables 1 and 2.

Table 1: Irradiated monitors.

| <i>Element</i> | <i>Weight (mg)</i> | <i>General description</i> |
|----------------|--------------------|--|
| Zr | 56.8 | Foil, 0.1 mm thick, 99.9 % Zr. |
| Au_1 | 0.0125 | 12.5 mg of IRMM-530R certified reference material. |
| Au_2 | 0.00242 | Au-Cr-Mo mixed monitor [8]. |
| Cr | 0.524 | Au-Cr-Mo mixed monitor [8]. |
| Mo | 1.074 | Au-Cr-Mo mixed monitor [8]. |
| Lu | 0.0072 | Al-0.1% Lu wire, 1.00 mm diameter. From IRMM. |

The method for determination of f and α is a modification of that developed by Arribere and Kestelman [9] for the simultaneous determination of thermal and epithermal fluxes. The specific activity of a monitor i evaluated at infinite irradiation and zero decay times can be expressed by

$$g(T)\sigma_i \phi_t + [I(\alpha)_i + \Delta I_i] \phi_e = A_i \quad (1)$$

Where $\Delta I_i = 0.56 g(T) \sigma_0$ is the resonance integral between $E = \mu kT$ and the cadmium cut-off energy, and $g(T)$ is the Westcott's factor. The equation (1) is used to calculate, for each monitor, a series of values of the thermal neutron flux as a function of a series of arbitrarily given values for the epithermal neutron flux. In the Arribere and Kestelman's method an ideal behaviour is assumed for the

epithermal flux, so that straight lines are obtained for every monitor. The values of the thermal and epithermal fluxes are calculated from the average of the values obtained at all the crossing points. The modification proposed in the present work is based on the following reasoning: provided that the input data of cross sections, resonance integrals and Westcott's factors are accurate, a right value of the α parameter should lead to a single crossing point for the curves corresponding to the reactions: $^{94}\text{Zr}(n,\gamma)^{95}\text{Zr}$, $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$, $^{197}\text{Au}(n,\gamma)^{198}\text{Au}$, $^{50}\text{Cr}(n,\gamma)^{51}\text{Cr}$ and $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$, thus implying that all the monitors should render the same values for the thermal and the epithermal neutron fluxes. If, in addition, the value of the Westcott's factor for ^{176}Lu is correct, the curve for the reaction $^{176}\text{Lu}(n,\gamma)^{177}\text{Lu}$ should also cross the other curves at the same point. Thus, α and T are adjusting parameters of the crossing point between all curves, fact that provides the basis for their calculation. In practice, it is expected that all the curves will not cross the others at exactly the same point, due to the presence of experimental uncertainties, as well as some degree of inconsistency in the input data.

Table 2: Counting data.

| <i>Isotope</i> | <i>E (keV)</i> | <i>Net Peak Area</i> | <i>Normalised Specific Counting rate ($t_{irr} = \infty$, $t_d = 0$)</i> |
|---------------------|----------------|----------------------|--|
| ^{95}Zr | 724+756 | 74530 | 4.923×10^6 |
| ^{97}Zr | 743 | 330854 | 3.225×10^6 |
| $^{198}\text{Au}_1$ | 411.8 | 111234 | 6.541×10^{10} |
| $^{198}\text{Au}_2$ | 411.8 | 534846 | 6.561×10^{10} |
| ^{51}Cr | 320 | 59578 | 1.471×10^8 |
| ^{99}Mo | 739 | 14387 | 3.98×10^6 * |
| ^{177}Lu | 208 | 105181 | 1.189×10^{10} |

*: Corrected by a true coincidence factor COI = 0.969.

3. Results and Discussion

The efficiency curve showed in figure 1 exhibits a good agreement between the standard and the prepared gamma sources, as well as between the fitting curve and the experimental points. Therefore, it can be accepted that the efficiency characterization of the HPGe detector is good enough for the purpose of the present study.

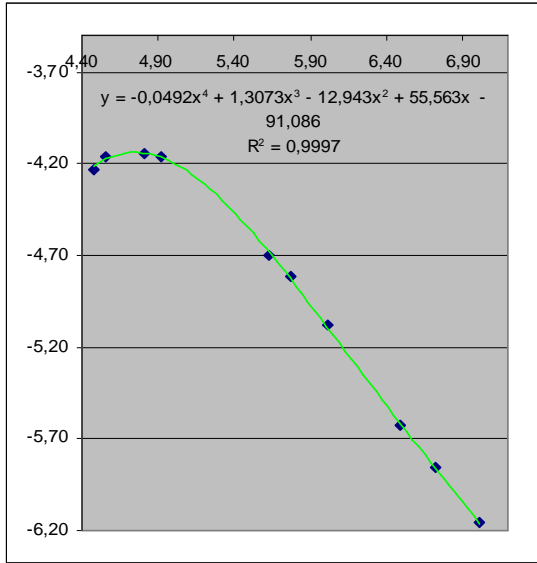


Figure 1: Efficiency curve for the used detector.

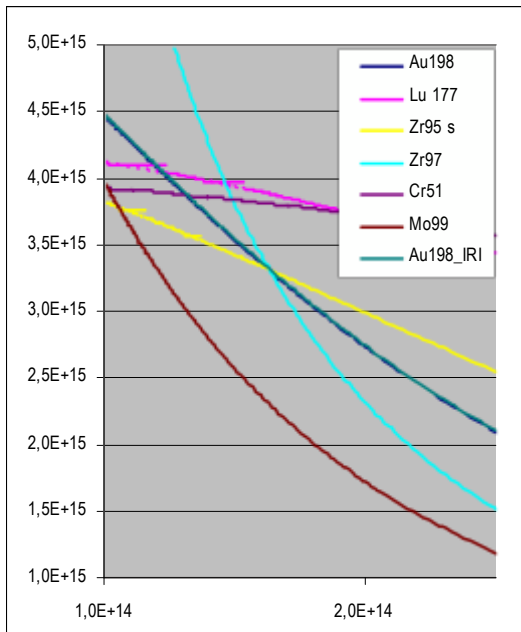


Figure 2: Thermal and epithermal neutron fluxes for $\alpha = -0.004$, $T = 305$ K.

Figure 2 shows an example of the results obtained when the reactions $^{94}\text{Zr}(n,\gamma)^{95}\text{Zr}$, $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$, $^{197}\text{Au}(n,\gamma)^{198}\text{Au}$, often used for the simultaneous characterization of neutron fluxes and α , are taken as the leading reference for all the other monitors. The values of α and T are respectively setup as -0.004 (corresponding to the crossing point for the Au – Zr monitor) and 310 K (temperature of the moderator of the reactor). It can be seen that for the given value of α , the curves for the mentioned reactions cross together at a single point, which corresponds to $f = \phi_t / \phi_e = 3.34 \times 10^{15} \text{ n m}^{-2} \text{ s}^{-1} / 1.62 \times 10^{14} \text{ n m}^{-2} \text{ s}^{-1} = 20.6$. On the other hand, it is also apparent

that this result is not consistent with the

The curve for the $^{176}\text{Lu}(n,\gamma)^{177}\text{Lu}$ reaction that would lead to an agreement of the Zr and Au monitors would be obtained at 354.9 K (82 C) neutron temperature. This temperature

moderated nuclear reactor working at a moderator temperature of 310 K (37 C), with no strong absorbers of low energy neutrons in the vicinities of the irradiation facility. In addition, this would lead to a not acceptable solution for Cr and Mo monitors.

Alternatively, the value of α can be fixed as 0.112 , which is the solution for the Au-Mo-Cr mixed monitor. This corresponds to $f = 3.91 \times 10^{15} \text{ n m}^{-2} \text{ s}^{-1} / 1.61 \times 10^{14} \text{ n m}^{-2} \text{ s}^{-1} = 24.3$ (Figure 3). The neutron temperature is in this case 313 K (40 C), which represents a good agreement between the ^{176}Lu monitor and the ^{50}Cr , ^{98}Mo , ^{197}Au and ^{94}Zr ones, whereas the curve for the reaction $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$ exhibits a pronounced departure.

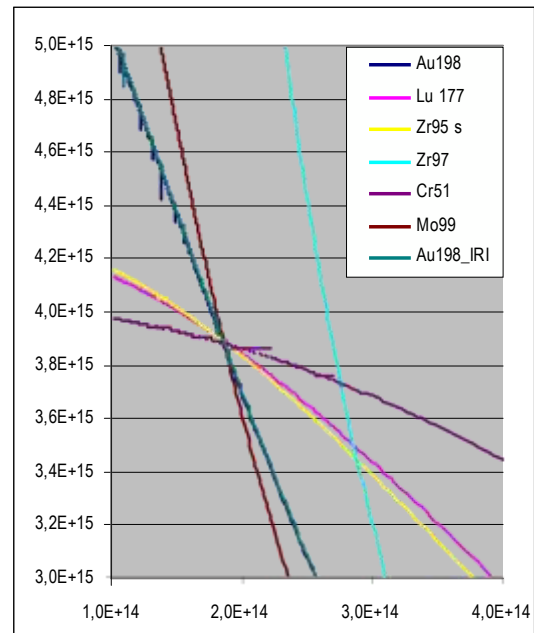


Figure 3: Thermal and epithermal neutron fluxes for $\alpha = 0.112$, $T = 313$ K.

It is also observed that the curves for the reactions $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)^{97}\text{Zr}$ and $^{98}\text{Mo}(n,\gamma)^{99}\text{Mo}$ do not cross each other, even for an interval as high as $-0.4 < \alpha < 0.4$. This fact demonstrates a lack of consistency between these monitors. Since it is possible to find a good agreement between the ^{98}Mo monitor and the other ones, this inconsistency can not be attributed to

eventual failures in the experimental conditions, which were carefully assessed. In addition, the nuclear and chemical data for the monitors ^{197}Au , ^{50}Cr , ^{98}Mo , ^{94}Zr and ^{176}Lu are reasonably consistent.

The determination of k_0 values from a set of experimental NAA data is a useful tool to check the overall quality of an experiment [11]. On this grounds, a good agreement between experimental and literature k_0 values is an indicator of the suitability of the experimental conditions and the nuclear and chemical input data.

The experimental k_0 values for the studied monitors, determined from the values of $f = 24.3$, $\alpha = 0.112$, are shown in table 3. It is apparent that all the values obtained from the experimental data of the present work are in good agreement with the values reported in the literature.

Table 3: Experimental k_0 values from this work.

| Monitor | E (keV) | k_0 This work | k_0 Literature |
|------------------------------------|-----------|------------------------|------------------------|
| ^{94}Zr | 724+756 | 2.002×10^{-4} | 2.000×10^{-4} |
| ^{96}Zr | 743 | 1.223×10^{-5} | 1.237×10^{-5} |
| $^{197}\text{Au}_{\text{IR}}$ I | 411.8 | 1.003 | 1.000 (absolute) |
| ^{50}Cr | 320 | 2.60×10^{-3} | 2.62×10^{-3} |
| ^{98}Mo | 739 | 8.32×10^{-5} | 8.46×10^{-5} |
| ^{176}Lu | 208 | 7.19×10^{-2} | 7.14×10^{-2} |

The situation brings an old and quite difficult problem: the value of the ratio I/σ_0 for the ^{96}Zr . [10,12]. As it is quoted in reference [12], ^{96}Zr has the largest known Q_0 value, fact that implies high error propagation for Cd-ratios and Cd difference measurements at not too well thermalized irradiation facilities. The problem does not seem to be completely solved; the reported averages for the Q_0 value of ^{96}Zr (ref. [10]) range from 251.6 to 296.1. As described in references [10,12], the proposed values for the Q_0 value of ^{96}Zr historically covered a range going from 100 to 879.

It is interesting to note that a total consistency of the whole set of studied monitors would be reached, for a neutron temperature $T = 313$ K, if the value for the Q_0 value of ^{96}Zr is setup at 500, as it is indicated in figure 4 (The other two replicates, not shown here, require ^{96}Zr Q_0 values of 490 and 470).

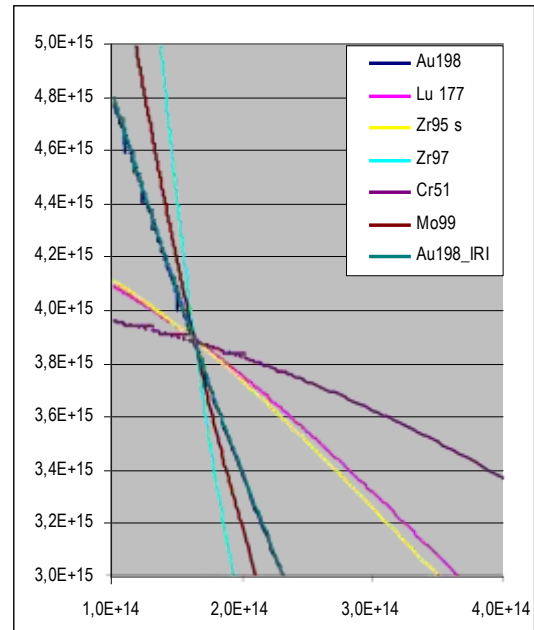


Figure 4: Thermal and epithermal neutron fluxes for $\alpha = 0.112$, $T = 313$ K, Q_0 (^{96}Zr) = 500.

Of course, the choice of Q_0 (^{96}Zr) = 500 looks somewhat exotic at a first glance and can not be taken as a rigorous determination, but indicates that it is worthwhile to further study the problem in deep. In particular, a careful assessment of the consistency of the nuclear data for as many monitors as possible, which could be performed, applying the methodology followed in the present work, shed light on the eventual presence of any other problematic case.

4. Acknowledgment

The authors are grateful to Anneke Koster-Ammerlaan, from the Interfacultair Reactor Instituut van de Technische Universiteit Delft, for kindly providing the Au-Cr-Mo monitors.

5. References

- [1] De Corte F, De Wispelaere A. The use of a Zr - Au - Lu alloy for calibrating the radiation facility in k0-NAA and for general neutron spectrum monitoring. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2005; 263(3): 653-657.
- [2] Khoo KS, Sarmani SB, Abugassa IO. Determination of thermal to epithermal neutron flux ratio (f), epithermal neutron flux shape factor (α) and comparator factor (F_c) in the Triga Mark II Reactor, Malaysia. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2007; 271(2):419-424.

- [3] Vermaercke P, Sneyers L, De Wispelaere A, De Corte F. Thermal and epithermal neutron flux monitoring for use in k₀-based NAA using the Cd-ratio for multi-monitor method with a synthetic multi-element standard. Proceedings of the 12th International Conference on Modern Trends in Activation Analysis. 2007 September 16 – 21, Tokyo Metropolitan University, Hachioji, Japan. p. 70.
- [4] Alghem Hamidatou L. Characterization of neutron flux spectra in irradiation site of ES-SALAM research reactor using two formalisms: Westcott and Högdahl for the k₀ neutron activation analysis. Proceedings of the 12th International Conference on Modern Trends in Activation Analysis. 2007 September 16 – 21, Tokyo Metropolitan University, Hachioji, Japan. p. 68.
- [5] Khoo KS, Sarmani SB, Tan CH, Ti KL. Variation of neutron parameters and neutron flux in an irradiation container at selected irradiation channels by using two neutron flux monitoring sets based on k₀-NAA method. Proceedings of the 12th International Conference on Modern Trends in Activation Analysis. 2007 September 16 – 21, Tokyo Metropolitan University, Hachioji, Japan. p. 124.
- [6] Wieser ME. Atomic weights of the elements 2005 (IUPAC Technical Report). Pure Appl. Chem. 2006; 78: 2051-2066.
- [7] Kolotov P, De Corte F. Compilation of k₀ and related data for NAA, International Union of Pure and Applied Chemistry [serie en Internet], Project 2001-075-1-50, versión 4, release: 01/10/2002. Disponible en: <http://www.iupac.org>
- [8] Anneke Koster-Ammerlaan. Interfacultair Reactor Instituut van de Technische Universiteit Delft. Private communication.
- [9] Arribére M. A, Kestelman A. J. Automatización del método de determinación de flujos térmico y epitérmico en análisis por activación neutrónica. Tópicos Selectos Sobre Aplicaciones del Método del k Sub Cero y Otros Métodos Paramétricos en Análisis por Activación Neutrónica. 1995, Marzo, 13-24, Lima, Perú, OIEA – ARCAL IV. pp. 94 -99.
- [10] Simonits A, De Corte F, Van Lierde S, Pommé S, Robouch P, Eguskiza M. The k₀ and Q₀ values for the Zr-isotopes: a re-investigation. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2001; 245(1): 199–203.
- [11] Heydorn K. Ménage à trois: activation, analysis and uncertainty, 10 projections into the impending millennium. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2000; 244(1): 7-15.
- [12] Simonits A, De Corte F, Bellemans F. New nuclear data measurements for some comparators / flux monitors in k₀-NAA. Proceedings of the 2nd International k₀ Users Workshop, September 30 – October 3, 1996, Ljubljana, Slovenia. pp. 98 -101.

Las deformaciones y la energía coulombiana entre fragmentos de fisión

Modesto Montoya*

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Dirección de Investigación y Desarrollo, Canadá 1479,
San Borja, Lima, Perú

Resumen

En la fisión de baja energía del ^{236}U , sea i) EK_{\max} el valor experimental de la energía cinética total máxima que alcanzan los pares de fragmentos, el más liviano de los cuales tiene A_L nucleones y Z_L protones; ii) Q_{\max} , la energía disponible; e iii) EC_s la energía coulombiana de una configuración de escisión de estos dos fragmentos suponiendo que los fragmentos son esféricos y que la separación entre superficies es de 2 fm. Se observa que en general EC_s es mayor que Q_{\max} y $(Q_{\max} - E_{\max})$ está correlacionado con $(EC_s - Q_{\max})$. Se espera resultados similares para otros sistemas fisiles.

Abstract

For the low energy fission of ^{236}U , let be i) EK_{\max} the maximal value of total kinetic energy of fragments with the lighth one having A_L nucleons and Z_L protons; ii) Q_{\max} , the corresponding available energy; and iii) EC_s the coulomb energy of a scission configuration assuming spherical fragments separated by 2 fm. One may observe that in general EC_s is larger than Q_{\max} and $(Q_{\max} - E_{\max})$ is correlated with $(EC_s - Q_{\max})$. Similar results are expected for other fissil systems.

1. Introducción

Desde el descubrimiento de la fisión nuclear [1] se está buscando explicar las estructuras finas en la distribución de masa y energía de los fragmentos. A.V. Andreev usa un modelo de la gota líquida corregida con una variable de tensión superficial y con el modelo de capas para calcular las energías de deformación de los fragmentos e interpretar dicha distribución para algunas fragmentaciones [2].

Las estructuras finas en la distribución de masa y energía cinética puede ser en gran parte explicada por los llamados efectos Coulomb [3 y 4]. En este trabajo, tomando el caso de la fisión de baja energía del ^{236}U , tratamos de explicar la tendencia de la curva del valor máximo de energía cinética total de los fragmentos (EK_{\max}), en relación con la energía disponible Q_{\max} , y la energía coulombiana de una configuración de escisión de estos dos fragmentos suponiendo que son esféricos y que la separación entre superficies es de 2 fm (EC_s).

2. Relación entre EK_{\max} , Q_{\max} y (EC_s) .

Usando el método de la diferencias de tiempo de vuelo (Δt) tiempos de vuelo para separar las masas y detectores sólidos para medir la energía de los fragmentos puede se ha obtenido un conjunto de $3,2 \times 10^6$ eventos Ref. [5].

Primero, tomando en cuenta que el rendimiento es desvaneciente, la definición del valor máximo de la energía total no es absoluta. En este trabajo, para una masa de fragmento liviano A, se define la línea de la energía cinética total máxima EK_{\max} como aquella sobre la cual hay 10 eventos con EK superiores.

Segundo, para cada masa de fragmento liviano A, se escoge la pareja de cargas Z_L y Z_H , con la cual se obtiene el mayor valor de la energía disponible:

$$Q_{\max} = m_0 + S_n - m_L - m_H. \quad \dots (1)$$

Tercero, se asume una configuración de escisión, en la que los fragmentos son

* Correspondencia autor: mmontoya@ipen.gob.pe

esféricos y que sus superficies están separadas de 2fm, y se calcula la energía de interacción coulombiana entre los fragmentos EC_s .

De los resultados de estos cálculos presentados en la Ref. [6] se obtiene que:

$$\delta CQ = (EC_s - Q_{\max})$$

está positivamente correlacionado con:

$$\delta QK = (Q_{\max} - EK_{\max})$$

excepto para las masas $m = 100 - 106$, en las que esta última diferencia tiende a cero, a pesar de que la primera crece a partir de $m = 100$.

3. Interpretación de resultados

Estos resultados se explican suponiendo que cuando:

$$\delta CQ > 0,$$

la energía de escisión corresponde a fragmentos deformados y por lo tanto la energía de deformación empleada disminuye la energía disponible para ser usada en energía cinética. Y a mayor valor de δCQ mayor será la deformación necesaria y por lo tanto menor será la energía cinética final de los fragmentos. La excepción para los valores de $AL = 100 - 106$, se debe a que estos corresponden a los fragmentos (ZL, NL) = (40, 60), (41, 60), (42, 60), (42, 61), (42, 63) y (42, 64), que corresponden a nucleones transicionales blandos, es decir que gastan poca a nula energía para deformarse hacia sus formas prolatas que corresponden a las reales configuraciones de escisión.

La gran caída de la energía cinética en la región simétrica es explicada precisamente por los altos valor de δCQ .

Observaciones preliminares muestran que los resultados para los sistemas fisiles de ^{236}U y ^{240}Pu pueden ser interpretados en forma similar.

4. Conclusiones

Como hemos visto, la tendencia de los valores máximos de la energía cinética de los fragmentos de fisión del ^{234}U puede ser explicada asumiendo configuraciones de escisión de fragmentos deformados y su aproximación a los valor de la energía disponible dependerá de resistencia a la deformación. Los fragmentos transicionales blandos, por no ofrecer resistencia a la deformación son las que no gastan energía para tomar formas tales que la energía coulombiana de interacción tomen valores cercanos al valor de la energía disponible.

5. Agradecimiento

A Claude Signarbieux de la Comisión de Energía Atómica de Francia por sus estimulantes sugerencias.

6. Bibliografía

- [1] Hahn O, Strassman F. *Naturwissenschaften*. 1939; 21:11.
- [2] Andreev AV, *et al.* *Eur. Phys. J. A*. 2004; 22:51-60.
- [3] Montoya M. *Z. Phys. A. - Atoms and Nuclei*. 1984; 319:219.
- [4] Montoya M, Hasse RW, Koczon P. *Z. Phys. A. - Atoms and Nuclei*. 1984; 325:357.
- [5] Signarbieux C, *et al.* *J. Phys. (Paris) Lett*. 1981; 42:L437.
- [6] Montoya, M. Tesis, Universidad de París.

Conformación y evaluación de un sistema de análisis no destructivo basado en la emisión de rayos-X inducida por partículas alfa.

Reporte Preliminar

Eduardo Cunya*, Marco Munive, Paula Olivera

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

Resumen

Se presenta el desarrollo y aplicación de una nueva herramienta de análisis de material arqueológico, basado en el uso de un haz de radiaciones de partículas cargadas, producido por el radionucleido Am-241 y cuya fuente es re-utilizada luego de su gestión en un repositorio de fuentes radiactivas. La técnica a desarrollar esta clasificada como de tipo superficial, pues permite analizar espesores de 5 a 10 micrones que la hacen muy eficiente en la detección de elementos en las capas superficiales de objetos en estudio. Otro aspecto considerado es la eficiencia de los detectores semiconductor de Si(Li) y Ge-planar enfriados con nitrógeno líquido empleados en este desarrollo.

Abstract

This report show a partial development and application of a new analysis tool to archaeological artefacts based on the use of charged particles beam (alpha particles) produced by Am-241 radionuclide whose source is re-used after management in a repository of radioactive sources. This technique is classified like superficial type it allow to analyze thickness of 5 to 10 microns turns it very efficient in detecting light elements (low Z). Another subject evaluted is the efficiency of Si-Li and Ge-planar semiconductor detectors used in this work.

1. Introducción

La caracterización y conservación de cierto material arqueológico considerado como patrimonio nacional, requiere métodos de análisis que no afecten su integridad, es por esta razón, la técnica que implementamos con este sistema es considerada como **no destructiva** [4]; además, debe ser portable para aquellos casos en los que el artefacto en estudio no pueda ser transportado de su ubicación o lugar de exhibición. La investigación intenta demostrar el uso de un campo de partículas cargadas (alfa) fácilmente absorbidas y atenuadas en unos pocos centímetros de un medio como el aire en la configuración de un sistema PIXE. La técnica PIXE-Alfa [2], (espectroscopía de Emisión de rayos-X Inducidos por Partículas) es una herramienta analítica, basada en la identificación y cuantificación de los rayos-X característicos que emiten los átomos de una muestra excitada por un haz de protones, y que en algunos arreglos experimentales, puede hacer uso de una fuente radiactiva (emisora de partículas alfa) de pequeña actividad. Esta técnica permite obtener una amplia descripción de la

composición química de la muestra [6], a través del análisis multielemental simultáneo con número atómico mayor de 11 (del Na en adelante). El haz de partículas es proveído por una fuente abierta de Am-241 de pequeña actividad.

2. Experimental

El sistema está compuesto por un detector de Si-Li refrigerado con Nitrógeno líquido con ventana de Be de 10 mm de diámetro y una resolución de 190 eV, para 5.9 KeV, los módulos de instrumentación: pre-amplificador, fuente de alto voltaje, Amplificador/Conformador de pulsos nucleares y un analizador multi-canal Nucleus® PCA-II. El arreglo instrumental corresponde con el instalado actualmente en el Laboratorio Fluorescencia de Rayos-X para análisis de materiales en el Centro Nuclear RACSO. La fuente de radiación usada para la excitación de la muestra es el radionucleído emisor de partículas alfa Am-241, con período de semi-desintegración

* Correspondencia autor: ecunya@ipen.gob.pe

de 432,2 años y cuya actividad global estimada es 1,92 mCi, ya que la presentación de la fuente está distribuida en tres láminas metálicas delgadas de aproximadamente 0,6 mCi de actividad cada una, alojadas en un soporte hecho de acrílico con geometría cónica para lograr la convergencia del flujo de partículas. Igualmente, se las dispuso de manera espaciada sobre dicho soporte, de modo tal que el plano de cada fuente forma un ángulo de 45° con el plano de la posición de muestra (Figura 1), de esta manera, se intenta obtener un haz de partículas alfa convergente en la zona central del soporte para acceder a la muestra. La energía media calculada para la posición de la muestra es de cerca de 1.0 MeV. Esto debido a que en 3 cm de distancia entre la fuente y la lugar de posición de muestra se pierde cerca de 4,5 MeV en el aire, según la gráfica Stopping power [8] (energía de frenado), véase figura 3. El soporte presenta en la parte superior, una ventana circular de 10mm de diámetro, sobre la cual se ubica la superficie de la muestra (Figura 1), la idea es simular las condiciones de uso de una fuente anular.

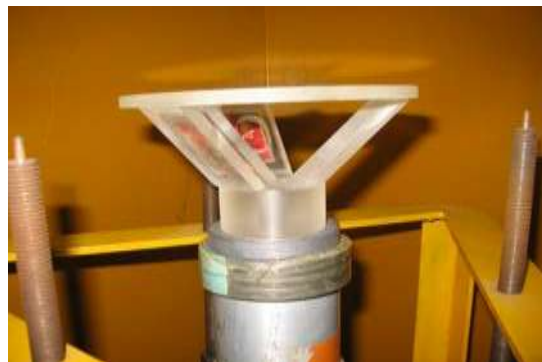


Figura 1: Soporte de fuente Am-241 sobre detector Si-Li.

También está presente la emisión gamma de Am-241 de energía 59,5 KeV (36 % de probabilidad) y cuya atenuación se realiza a través de una funda de plomo de 2mm de espesor que cubre el detector con un orificio de 10mm de diámetro en la parte superior, de este modo, se intenta utilizar con mayor eficiencia la energía de las partículas alfa emitidas por las fuentes de 5,486 MeV (85,2% de intensidad) existiendo también, partículas alfa de 5,443 MeV (12,8%). Se observa que el arreglo descrito es para uso en laboratorio. El sistema puede ser convertido en una unidad portátil de tamaño pequeño y de poco peso si empleamos un detector de rayos X del tipo SDD (Silicio Difundido), enfriado por un dispositivo Peltier [1], logrando un análisis *in situ* y la detección de elementos que van desde Sodio hasta Uranio.

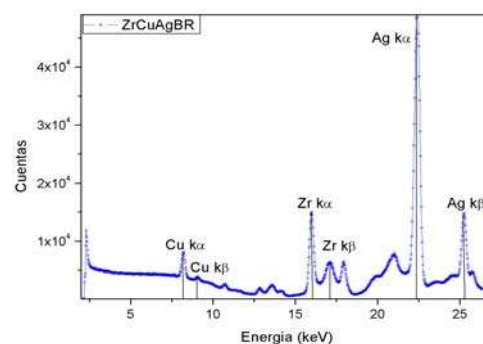


Figura 2: Espectro de R-X característicos de Cu, Zr y Ag.

Para mejorar la resolución de las líneas espectrales de rayos X, característicos de los elementos presentes en la muestra se instala un detector semiconductor de Ge-planar con ventana de Be de 12mm de diámetro y 155eV de resolución para una energía de 5,9KeV. En este caso, el programa de adquisición de espectros es el Maestro®II asociado al analizador multicanal Spectrum MASTER de EG&G Ortec.

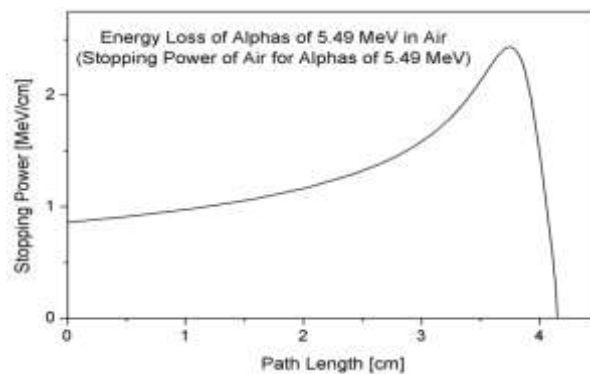


Figura 3: Energía perdida en aire para partículas α de 5,49 MeV

3. Resultados y Discusión

Durante los ensayos iniciales se han obtenido, almacenado y tratado espectros de Rayos X característicos de los elementos Cu, Zr y Ag (Figura 2), por medio del programa de adquisición PCAII. Los ensayos muestran que es posible implementar un sistema PIXE mínimo re-utilizando algunas fuentes emisoras de partículas alfa (Am-241, Ra-

216). El desarrollo de la técnica se hace en ambientes a temperatura y presiones normales, no requieren condiciones especiales. Presenta una muy buena sensibilidad para los elementos metálicos [7][5] complementándose con el análisis por FRX. La intensidad de las partículas alfa incidentes se puede incrementar si modificamos la geometría del soporte disminuyendo la distancia fuente-muestra.

4. Conclusiones

Dado que se emplea partículas alfa para la excitación de los átomos a nivel superficial de la muestra, la interacción producida resulta útil para el estudio de pigmentos o colorantes que la recubren, también permite observar productos resultantes de algunas reacciones en la superficie de muestras metálicas por efecto del medio ambiente [3]. Se espera obtener más conclusiones al término del estudio.

5. Agradecimientos

Los autores desean expresar su gratitud a Walter Cruz, oficial de radioprotección de la Planta de Gestión de Residuos Radiactivos por proporcionarnos la fuente de Am-241. También al personal del Área de Mantenimiento Mecánico de la Dirección de Investigación y Desarrollo. Finalmente, al Dr. Erich Saettone por su valiosa asesoría y sugerencias en la conservación de material arqueológico.

6. Bibliografía

- [1] Pappalardo L, Romano FP, Garrafo S. The improved LNS PIXE-Alfa portable system: Archaeometric Applications. *Archaeometry*. 2003; 45(2):333-339.
- [2] Constantinescu B, Cojocaru V, Bugoi R, Sasianu A. Materials analysis in archaeometrical studies at Bucharest Particle Accelerators. *Proceedings of EPAC; 2000; Vienna: Austria*.
- [3] Demortier G, Ruvalcaba-Sil JL. Differential PIXE analysis of mesoamerican jewelry items. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 1996; 118: 352-358.
- [4] Tabacniks MH. Análise de Filmes Finos por PIXE e RBS. Instituto de Física,

Universidade de São Paulo. CP 66318, 05315-970, São Paulo, SP, Brasil.

[5] Demortier G, Morciaux Y, Dozot D. PIXE, XRF and GRT of ancient gold artefacts. *Nuclear Instruments and Methods of Physics Research B*. 1999; 150: 640-644.

[6] Lamm L. Applications for PIXE and other Ion Beam Analysis (IBA). PIXE-PAN Summer Science Program, University of Notre Dame, June, 2007. The Joint Institute for Nuclear Astrophysics. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.JINAweb.org>

[7] Pappalardo G, Bicchieri M, Nardone M, Pappalardo L, Romano FP, Russo PA, Sodo A. The contribution of the LNS portable PIXE system for the examination of gold preparations in the miniatures of the 492 code (Pontificale) preserved at the Museo Diocesano in Salerno. Corresponding author, e-mail: pappalardo@lns.infn.it

[8] Helmut P. Bragg. Curve of 5,49 MeV alphas in air. [serie en Internet]. May 2006. Disponible en: http://en.wikipedia.org/wiki/Image:Bragg_Curve_for_Alphas_in_Air.png

“Termometría Arqueológica” aplicada a pastas de cerámicas Nasca mediante difracción electrónica

Alcides López^{1,2,*}, Julio Santiago^{1,3}

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

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

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

Resumen

Se han estudiado fragmentos de 10 vasijas cerámicas provenientes de la Cultura Nasca por medio de la Microscopía Electrónica de Transmisión en el modo de Difracción de Electrones de Área Selecta y nos ha permitido identificar los minerales utilizados en su fabricación. Se identificó la presencia de illita en todas las muestras, lo que indica que la temperatura de cocción a la que fueron sometidos los fragmentos analizados no superaron los 800 °C.

Abstract

Fragments from ceramics of the Nasca Culture have been studied by transmission electron microscopy in Selected Area Electron Diffraction mode, allowed us to detect minerals used in the fabrication. The presence of illita in all the samples suggests the firing temperature for preparing the Nasca Ceramic did not surpass 800°C.

1. Introducción

La Cultura Nasca se desarrolló a 49 km de la actual ciudad de Nazca (500 km al sur de Lima), sobre la cuenca del río Grande. Esta cultura floreció entre los años 50 y 650 D.C. [1]. Es particularmente conocida por los grandes geoglifos (líneas de Nazca) encontrados en las Pampas de Nazca. Su cerámica ha sido clasificada en nueve fases estilísticas [2], aunque en la actualidad se sabe que sólo siete fases (de 1 a 7) pertenecen al estilo Nasca mientras que las otras dos (8 y 9) corresponden a la cultura Wari.

Para poder diferenciar los cerámicos Nasca de los cerámicos Wari, los arqueólogos se basan en la iconografía, aspectos morfológicos o características del hallazgo de la muestra para deducir la procedencia de un cerámico. Sin embargo estos aspectos son a veces muy subjetivos.

Para un estudio analítico de procedencia de cerámicos generalmente se analiza las diferencias encontradas en la composición elemental de la pasta de un gran grupo de cerámicos, empleando para ello herramientas estadísticas (análisis multivariado) en base a la identificación de ciertos elementos presentes en ellos [2-4]. Entre las técnicas analíticas que permiten la caracterización elemental de la pasta de cerámicos tenemos el

Análisis por Activación Neutrónica (AAN) [3, 4], la Espectrometría de Emisión Óptica de Plasma Inductivamente Acoplado (ICP-OES) [5, 6] y la Espectrometría de Masas de Plasma Inductivamente Acoplado (ICP-MS) [7-9]. Estas técnicas son multielementales y tienen alta sensibilidad.

Adicionalmente, la pasta puede ser estudiada por diferentes técnicas que hacen uso de microscopios. Estas técnicas son variadas y tienen un carácter no destructivo, su fácil manejo y los bajos costos de la microscopía de luz [10, 11], permiten realizar análisis de muestras o fragmentos de ellas. Se puede observar las características de la matriz, pero sobretodo la naturaleza y características de los agregados presentes en ella. De otro lado, la observación de láminas delgadas de la pasta entre 0,003 y 1,00mm de espesor, a través de un microscopio con luz polarizada constituye la técnica conocida como petrografía y permite identificar los minerales utilizados en su fabricación así como los procesos sufridos por los tratamientos térmicos [11-14].

Otras técnicas microscópicas más sofisticadas son la Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y la Microscopía Electrónica de Transmisión (MET), ambas técnicas dan

* Correspondencia autor: alopez@ipen.gob.pe

información sobre la morfología de la pasta a escalas mucho más pequeña que la microscopía de luz. Adicionalmente, cuando la MEB y la MET están acoplados a un analizador elemental por espectroscopia de rayos X característicos (EDX o EDS) permite la caracterización de los elementos presentes en la zona de estudio [12, 15]. La MET permite también determinar la microestructura cristalina aprovechando la difracción de los electrones [16]. Es una técnica costosa pero en cambio requiere de cantidades pequeñísimas de muestras, del orden de los microgramos y permite obtener información sobre los compuestos cristalinos presentes en los materiales estudiados pudiendo realizarse una caracterización mineralógica de gran parte de ellos, así como estimar el tamaño de partícula, densidad, permeabilidad, porosidad, calidad de mezclado, calidad del calcinado, entre otras. Tanto la MEB como la MET se han empleado con éxito en numerosos estudios de identificación de muestras arqueológicas [17-20]. Como en muchas otras técnicas, la información obtenida por la difracción de electrones es complementaria con la información obtenida por la difracción de rayos X.

En el caso particular de los cerámicos Nasca, se están estudiando muestras provenientes de los sitios de Marcaya y Cahuachi por AAN y LA-ICP-MS [4, 21, 22]. En la presente investigación se muestran los resultados del estudio microcristalino de la pasta de 10 fragmentos de vasijas cerámicas de la Cultura Nasca por MET en sus modos de imagen y de difracción de electrones.

2. Experimental

2.1 Muestras arqueológicas

Las muestras estudiadas corresponden a fragmentos de vasijas cerámicas halladas en el valle de Nazca, Ica, y fueron proporcionados por el Museo de Arqueología y Antropología de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Los códigos de las muestras que se usan en este trabajo son los mismos códigos del museo.

2.2. Preparación de las muestras para análisis por MET

Las muestras fueron limpiadas con aire comprimido para eliminar el polvo y material contaminante, la zona elegida para la extracción de la muestra fue la parte

fracturada. Una vez elegida la zona representativa se hizo un decapado de aproximadamente 0,5mm de espesor con ayuda de una fresa carburada de forma esférica de 2mm de diámetro, montado sobre un taladro miniatura de velocidad variable. La muestra a ser estudiada por MET fue preparada a partir del polvo obtenido con la fresa en la zona decapada de la muestra. Posteriormente se añadió agua para formar una suspensión y luego decantar las partículas más grandes. Una gota de esta suspensión fue colocada sobre una rejilla portamuestras estándar para microscopía electrónica de 300 mesh con membrana de parlodion, dejándolo secar una hora a temperatura ambiente. La muestra se analizó con un Microscopio Electrónico de barrido-transmisión, STEM EM400 Philips, operando a 80kV.

Los análisis fueron realizados tanto en el modo *Imagen* como en el modo de *Difracción de Electrones de Área Selecta* (DEAS). En el análisis se miden las distancias interplanares de cada familia de planos de los componentes cristalinos de cada muestra y se correlacionan con el tipo de fases cristalinas presentes [23].

3. Resultados y Discusión

En el análisis de la muestra en el modo imagen, se pudo apreciar una gran cantidad de partículas de aspecto inorgánico de tamaño muy pequeño y algunos de forma acicular. La cristalinidad de estas partículas ha sido confirmada mediante el análisis de los patrones de difracción de electrones de área selecta aplicada en ellos, figura 1. A partir de estos patrones de difracción se han identificado un gran número de distancias interplanares. Estas distancias constituyen rasgos característicos de cada muestra, mientras más altos sean sus valores son más discretos entre ellos y pueden servir para identificarlos en la base de datos del *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* JCPDF [23]. Con esta metodología se ha determinado los minerales mostrados en la tabla 1.

En todas las muestras se han encontrado componentes comunes como el cuarzo, illita $[K_{0,5}(Al, Mg, Fe)_3(Si, Al)_4O_{10}(OH)_2]$, y dos tipos de micas, la lepidonita (K-Mg-Fe-Al-Si-O-H₂O) y la lepidomelana (KMgAlFe_{2,3}O₁₃·86H₂O). Esta última se ha encontrado en los fragmentos catalogados por los arqueólogos como pertenecientes a las

fases tempranas (II-IV), mientras que la lepidonita se ha encontrado en fases posteriores (IV-VII). Algunos de los fragmentos también presentaban arcillas como la montronita ($\text{Na}_{0,3}\text{Fe}_2(\text{Si}, \text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$) y montmorillonita ($(\text{Na}, \text{Ca})_{0,3}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4 \text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), además de la ferripirofilita ($\text{Fe}_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).

La presencia de Illita en todas las muestras analizadas sugiere que en el proceso de

cocido de dichas cerámicas no se alcanzó los 800°C , ya que a esta temperatura la illita cambia de fase [24]. Sin embargo, cuando los artefactos cerámicos son cocidos en hornos artesanales la temperatura que se alcanza es bastante variada pudiendo encontrarse diferencias hasta de 250°C en un solo proceso, haciendo que no todas los artefactos tengan las mismas condiciones de cocido ni los mismos resultados [25].

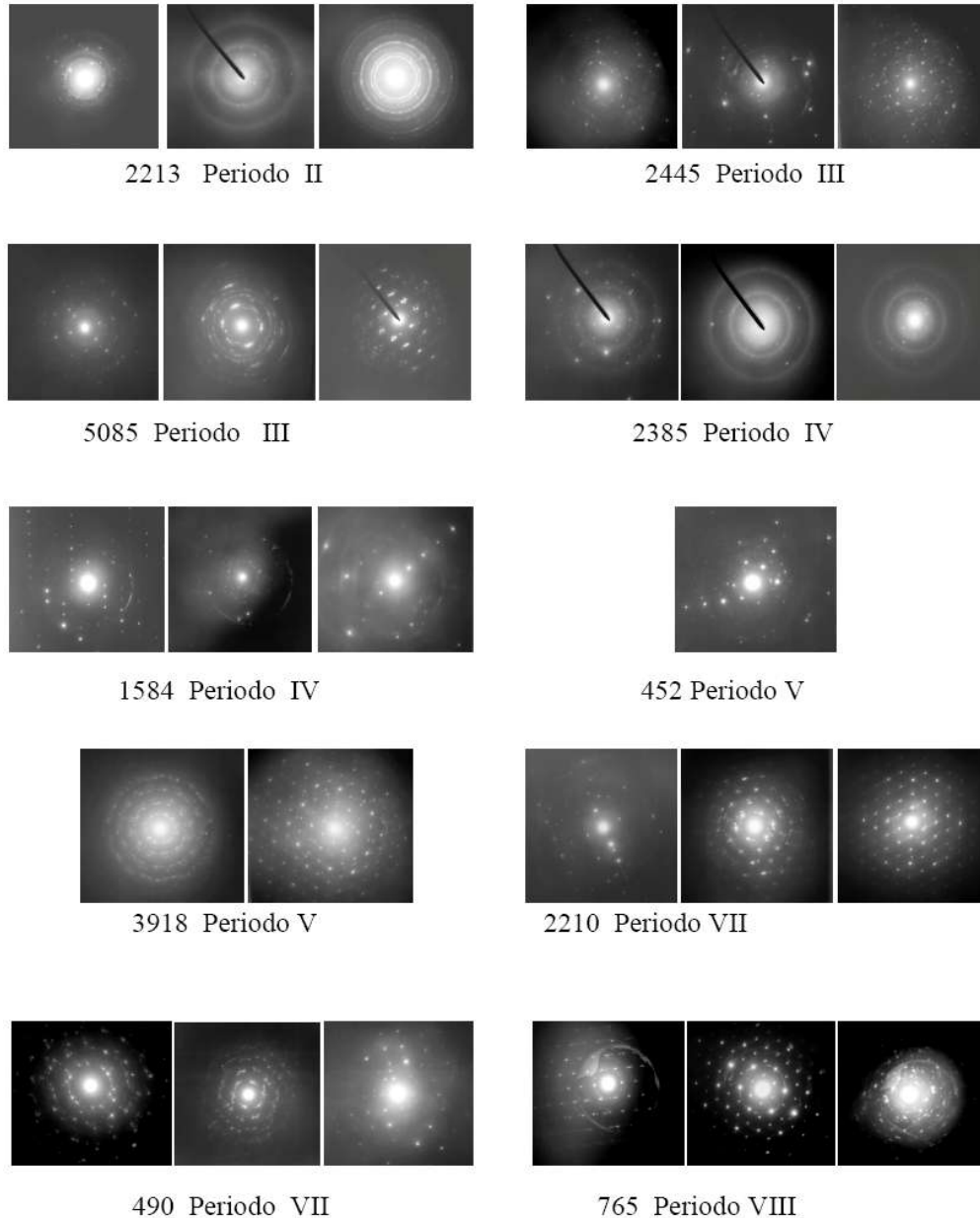


Figura 1: Patrones de difracción de electrones de área selecta de las diez muestras de cerámicas Nasca.

Tabla 1: Muestras analizadas y materiales cristalinos que muestran coincidencia con las distancias interplanares encontradas experimentalmente.

| <i>Códigos</i> | <i>Período</i> | <i>Materiales cristalinos</i> |
|----------------|----------------|---|
| 765 | VIII | Cuarzo, Illita, $Pb_8Bi_6S_{17}$, CaO, CaFeO ₂ , $3K_2S_2O_3 \cdot H_2O$, Mn_3GaNO_5 |
| 490 | VII | Cuarzo, Illita, Ferripirofilita, Nontronita, $Pb_3FeSi_3O_{10}(Cl,OH)$, $(Pb,Mo)_8O_8C_{12}$ |
| 2210 | VII | Cuarzo, Illita, Lepidolita, $NaMgAlSiO_2(OH)H_2O$, Montmorillonita |
| 3918 | V | Cuarzo, Illita, Lepidolita |
| 452 | V | Cuarzo, Illita, Lepidolita, Hg_2OCl , Fucalita |
| 1584 | IV | Cuarzo, Illita, Nontronita, Ferripirofilita, Lepidolita |
| 2385 | IV | Cuarzo, Illita, Lepidomelana, Lepidolita |
| 5085 | III | Cuarzo, Illita, Lepidomelana |
| 2445 | III | Cuarzo, Illita, Lepidomelana, $2MgHBO_3$, $Ca_4B_{10}Si_2O_{23} \cdot 5H_2O$, Be_2SiO_4 |
| 2213 | II | Cuarzo, Illita, Lepidomelana, $2MgHBO_3$, $Ca_4B_{10}Si_2O_{23} \cdot 5H_2O$, Be_2SiO_4 |

4. Conclusiones

Los resultados obtenidos por MET han permitido la identificación de una variedad de materiales de naturaleza cristalina en los cerámicos Nasca, entre ellos la illita. La presencia de este mineral nos permite concluir que la temperatura que alcanzaron los artefactos cerámicos al momento de su cocción no superaron los 800°C.

5. Agradecimientos

Al Arqueólogo Javier Alcalde del Museo de Arqueología y Antropología de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos por facilitar las muestras. Al Ing. J. Gago del Lab. de MET del IPEN por el cálculo de las distancias interplanares. Al Organismo Internacional de Energía Atómica por el financiamiento parcial a este proyecto: CRP PER13058.

6. Bibliografía

- [1] Silverman H, Proulx D. The Nasca. The Peoples of America. Blackwell Publishers. 2002.
- [2] Rowe J. Nuevos datos relativos a la cronología del estilo Nasca, en "Antiguo Perú: espacio y tiempo". Mejía Baca J, editor. Lima: Perú, 1960. p. 29-45.
- [3] Barone G, Lo Giudice A, Mazzoleni P, Pezzino A, Barilaro D, Crupi V, Triscari M. Chemical characterization and statistical multivariate analysis of ancient pottery from

messina, catania, lentini and siracusa (sicily). Archaeometry. 2005; 47:745-762.

[4] Vinagre U, Latini R, Bellido A, Buarque A, Borges A. Ancient Ceramic Analysis by Neutron Activation in Association with Multivariate Methods. Braz. J. Phys. 2005; 35:779-781.

[5] Vaughn K, Neff H. Moving beyond iconography: Neutron activation analysis of ceramics from Marcaya, Perú, an early domestic Nasca site. J. Field Archaeol. 2000; 27:75-90.

[6] Feliu M, Edreira M, Martín J. Application of physical-chemical analytical techniques in the study of ancient ceramics. Anal. Chim. Acta. 2004; 502:241-250.

[7] Pérez-Arantegui J, Uruñuela M, Castillo J, Roman Glazed. Ceramics in the Western Mediterranean: Chemical Characterization by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry of Ceramic Bodies. J. Archaeol. Sci. 1996; 23: 903-14.

[8] James W, Dahlin E, Carlson D. Chemical compositional studies of archaeological artifacts: Comparison of LA-ICP-MS to INAA measurements. J. Radioanal. Nucl. Chem. 2005; 263:697-702.

[9] Speakman R, Neff H. The Application of Laser Ablation-ICP-MS to the Study of Archaeological Materials--An Introduction. En *Laser Ablation-ICPMS in Archaeological Research*. Speakman R, Neff H, editors.

Albuquerque: University of New Mexico Press, 2005. p. 1-14.

[10] Pillay A. Analysis of archaeological artefacts: PIXE, XRF or ICP-MS?, *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 2001; 247: 593-595.

[11] Sanhueza L, Falabella F, Fonseca E, Andonje O. Aplicación de análisis de pastas microscópicas, petrográficas y de composición de elementos químicos al problema de la procedencia de cerámica en el periodo alfarero temprano de Chile central y Cuyo, Argentina. *Estudios Atacameños.* 2004; 28:121-132.

[12] Cremonte M, Baldini M, Díaz A. Caracterización petrográfica de una muestra de pastas aguada. Variaciones de manufactura y tipológicas. *Chungará (Arica).* 2004; 36 Supl. Espect 2.

[13] De la Fuente G, Kristcautzky N, Toselli G, Riveros A. Petrología cerámica comparativa y análisis composicional de las pinturas por MEB-EDS de estilo Aguada Portezuelo (ca. 600-900 DC) en el valle de Catamarca (Noroeste Argentino). *Estudios Atacameños.* 2005; 30:61-78.

[14] Stoltman J, Marcus J, Flannery K, Burton J, Moyle R. Petrographic evidence shows that pottery exchange between the Olmec and their neighbors was two-way. *Proceed. Nat. Acad. Sci.* 2005; 102:11219-11223.

[15] Cau M, Day P, Baxter M, Papageorgiou I, Iliopoulos I, Montana G. Exploring automatic grouping procedures in ceramic petrology. *J. Archaeol. Sci.* 2004; 31:1325-38.

[16] López A, Nicolás G, Mateo M, Piñón V, Ramil A, Yáñez A. Análisis de cerámicas romanas Terra Sigillata mediante espectroscopía de plasmas inducidos por láser (LIPS). *Bol. Soc. Esp. Ceram. V.* 2005; 44:373-78.

[17] Deeb C, Walter P, Castaing J, Penhoud P, Veyssièrre P. Transmission electron microscopy (TEM) investigations of ancient Egyptian cosmetic powders. *Appl. Phys. A: Mater. Sci. Proces.* 2004; 79:393-96.

[18] López A, Olivera de Lescano P. Caracterización de pigmentos de material arqueológico de la Cultura Chíncha por fluorescencia de rayos X y microscopía electrónica de transmisión. *Rev. Soc. Quím. Per.* 2007; 73:3-17.

[19] Liu K, Chan H, Notis M, Pigott V. Analytical electron microscopy of early steel from the Bacqah valley, Jordan. *Microbeam Analysis.* 1984: 1-3.

[20] Ownby M, Ownby C, Miksa E. Use of scanning electron microscopy to characterize schist as a temper in Hohokam pottery. *J. Archaeol. Sc.* 2004; 31: 31-38.

[21] Campos G., Malheiros M., Solorzano G., Microanalytical study of a ferrous agricultural tool recovered from a historical site in Rio de Janeiro. *Appl. Phys. A: Mater. Sci. Proces.* 2004; 79:315-18.

[22] Vaughn K., Neff H., Tracing the clay source of Nasca polychrome pottery: results from a preliminary raw material survey, *J. Archaeol. Sci.*, 2004; 31: 1577-1586.

[23] Vaughn K, Conlee C, Neff H, Schreiber K. A compositional analysis of nasca pigments: implications for craft production on the prehispanic south coast of Peru, in *Laser Ablation ICP-MS: A New Frontier in Archaeological Characterization Studies.* Speakman R, Neff H, editors, Albuquerque: University of New Mexico Press, 2005.

[24] Joint Committee on Powder Diffraction Standards, Powder Diffraction File, International Center for Diffraction Data, Swarthmore, PA, 1995.

[25] Jordán M, Sanfeliú T, De la Fuente C. Firing transformations of tertiary clays used in the manufacturing of ceramic tile bodies. *Appl. Clay Sci.* 2001; 20:87-95.

[26] Salazar J, López E, Vreeland J. Medida de las temperaturas de un horno artesanal de Mórrope, departamento de Lambayeque, utilizado para la fabricación tradicional de alfarería. *Bull. Inst. Fr. Études Andines.* 1993; 22:685-99.

Análisis de pigmentos en cerámicos pre-colombinos por Fluorescencia de Rayos X mediante métodos no destructivos

Paula Olivera*

Dirección de Investigación y Desarrollo
Instituto Peruano de Energía Nuclear

Resumen

En este trabajo se ha revisado principalmente los fragmentos de cerámica de la Cultura Nazca que presentan sus decoraciones sobre una base blanca, como parece ser la tendencia de la mayoría de las piezas estudiadas. Se ha realizado un análisis cualitativo superficial sobre cada coloración observada, principalmente el amarillo, anaranjado y marrón. Se ha trabajado tanto con piezas arqueológicas auténticas correspondientes a los diferentes períodos de la Cultura Nazca como con piezas modernas con la finalidad de evaluar la similitud de sus espectros o establecer sus diferencias.

Abstract

In this work it has been revised mainly the fragments of ceramic of the Nazca Culture that they present their decorations on a white base, like it seems to be the tendency of most of the studied pieces. It has been carried out a superficial qualitative analysis on each observed coloration, mainly the yellow, orange and brown. We have worked so much with archaeological pieces you authenticate corresponding to the different periods of the Nazca Culture like with modern pieces with the purpose of to evaluate the similarity of their spectra or to establish their differences.

1. Introducción

La confección de cerámicos en la actualidad siguen siendo, en la mayoría de los casos, procesos netamente artesanales (Fig. 1 y 2) y con el uso de materia prima lugareña (Fig. 3) con el afán de lograr objetos lo más cercanamente parecidos a los objetos arqueológicos originales. Lo que a simple vista puede crear cierta confusión e inclusive no distinguir una pieza original de una imitación.

Las técnicas químicas analíticas instrumentales permiten llevar a cabo mediante métodos no destructivos un análisis rápido de los pigmentos utilizados en la decoración para establecer las diferencias entre una pieza auténtica y una imitación perfecta; no cabe duda que para lograr este objetivo se debe contar con una base de datos de la caracterización de los pigmentos utilizados tanto en cerámicos precolombinos como en cerámicos modernos de la actualidad.

La técnica de análisis por Fluorescencia de Rayos X por la facilidad con la que puede analizar en forma no destructiva con resultados inmediatos se presenta como una técnica muy conveniente para la

identificación de objetos originales o falsificaciones. Actualmente, existen equipos portátiles con muy buena resolución que permiten distinguir energías características de rayos X emitidos por los elementos presentes en una muestra.



Figura 1: Preparación artesanal de cerámicos actuales.

* Correspondencia autor: polivera@ipen.gob.pe

2. Procedimiento experimental

a) Preparación de las muestras

Cada pieza ha sido limpiada exhaustivamente con una escobilla de cerdas de camello para retirar el polvo o partículas presente sobre la superficie de los objetos.



Figura 2: Horno artesanal actual.



Figura 3: Materiales utilizados para la preparación artesanal de cerámicos actuales.

b) Irradiación

Cada punto de irradiación abarcó un área de 5 mm de diámetro, en el que se ha incluido solo un color de la decoración, la irradiación fue efectuada con una fuente radiactiva anular de Cd-109. La adquisición de datos se llevó a cabo con un sistema de espectrometría de rayos X, constituido entre otros por un

detector de Si (Li) ORTEC Modelo SLP 10190 y una Analizador Multicanal PCAII The Nucleus.

3. Resultados

En las Figuras No. 4 al 12 se muestran los espectros obtenidos, en los que claramente se puede observar la presencia de los diferentes elementos que forman parte de la composición química de los pigmentos utilizados. Los colores blanco, amarillo, anaranjado y marrón de piezas arqueológicas presentan Ca y Mn para el primero y básicamente Fe en los tres últimos; estos mismos colores en piezas modernas presentan Pb y Zn respectivamente.

4. Discusión

En la Figura 4, se puede observar que la composición elemental de la pasta de los cerámicos es diferente en cada caso; por ejemplo, en Nazca III tiene un mayor contenido de K y Ca comparado a Nazca IV y Nazca VIII; Nazca IV 2249 presenta un mayor contenido de Fe pero bajo contenido de K y Ca y una mayor proporción de Ti y V; Nazca IV 2814 en cambio presenta un bajo contenido de K, Ca, Ti, V y Fe pero se observa una mayor presencia de Rb, Sr y Zr; Nazca VIII presenta una concentración similar al anterior en Sr pero una menor proporción de Rb y Zr. Estas observaciones deben ser confirmadas con los resultados obtenidos con AAN pero será mejor analizar un número mayor de muestras de cada uno de los períodos de la cultura en estudio y verificar si la composición de las arcillas con que han sido confeccionadas refleja una procedencia variada.

De las Figuras 5, 6, 7 y 8 se puede deducir que el pigmento blanco utilizado en la decoración de los cerámicos precolombinos contienen Ca y Mn a diferencia de los cerámicos modernos en los que no se observan tales elementos en cambio se puede notar cierta presencia de Pb.

De las Figuras 9, 10 y 11 se puede notar que la coloración amarilla, anaranjada y marrón han sido obtenidos de pigmentos cuya composición incluye entre otros al Fe a diferencia de los cerámicos modernos que presentan Zn y Pb entre sus componentes.

Se debe tener en cuenta que la penetración de la radiación utilizada para la excitación de la muestra excede el espesor de las capas de pintura en la decoración en estudio por lo que el espectro registrado contiene información proveniente de las capas subyacentes.

5. Conclusiones

Los estudios realizados hasta ahora muestran que la composición química del color blanco utilizado en los diferentes períodos de la Cultura Nazca está constituida entre otros elementos por Calcio y Manganeso, a diferencia de los cerámicos actuales que no presentan estos elementos sino que se observa la presencia de Plomo. Para el caso de los colores marrón y anaranjado tanto en los cerámicos de los diferentes períodos de la Cultura Nazca como los modernos solo se observa la presencia de Hierro, probablemente como Fe_2O_3 en diferentes proporciones.

Para la coloración amarilla en los cerámicos de los diferentes períodos de la cultura Nazca no se observa ningún elemento adicional al Hierro, que podría corresponder a $Fe_2O_3 \cdot nH_2O$ (20-70%), conocido como ocre

amarillo. A diferencia de los cerámicos modernos que están constituidos entre otros por los elementos Hierro, Zinc y Plomo, probablemente una combinación de Fe_2O_3 , ZnO y PbO.

6. Agradecimientos

Al Museo de Arqueología de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos por haber puesto a disposición del proyecto algunas de sus muestras para los estudios realizados.

Al Taller de Artesanía Segura por habernos mostrado y explicado la tecnología utilizada actualmente para la elaboración de cerámicos.

7. Referencias

[1] Padilla Roman A. Obras de Arte, Identificación de pigmentos inorgánicos por Fluorescencia de Rayos X Dispersiva por Energías. Análisis cualitativo. Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear, CEADEN. Cuba.

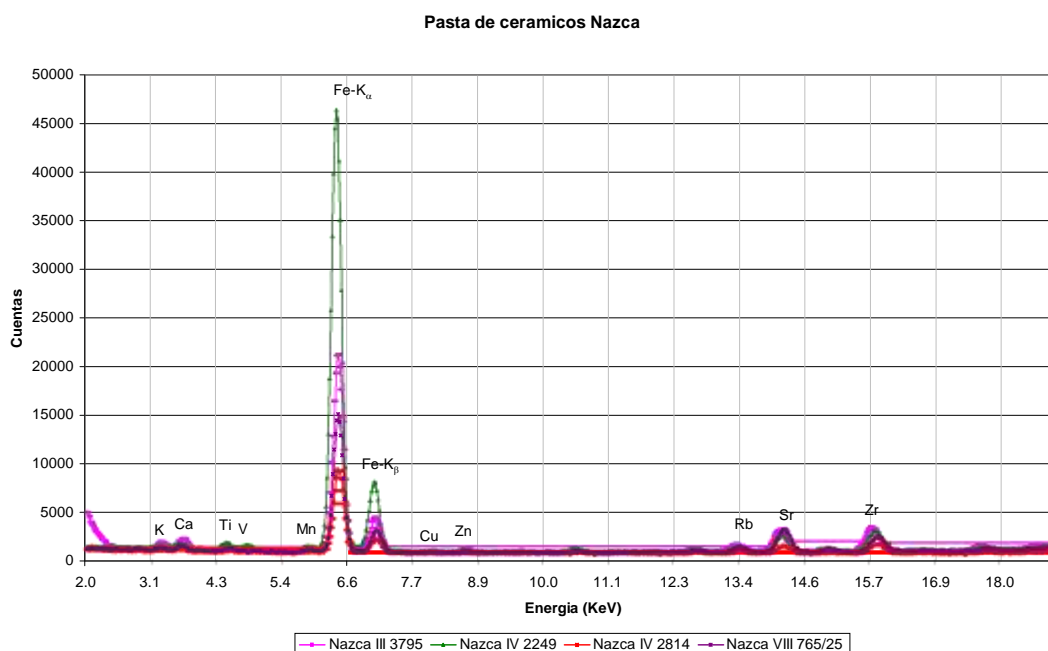


Figura 4: Pasta de cerámicos Nazca sin pigmentos.

Pigmento Blanco sobre cerámica Nazca III 3794

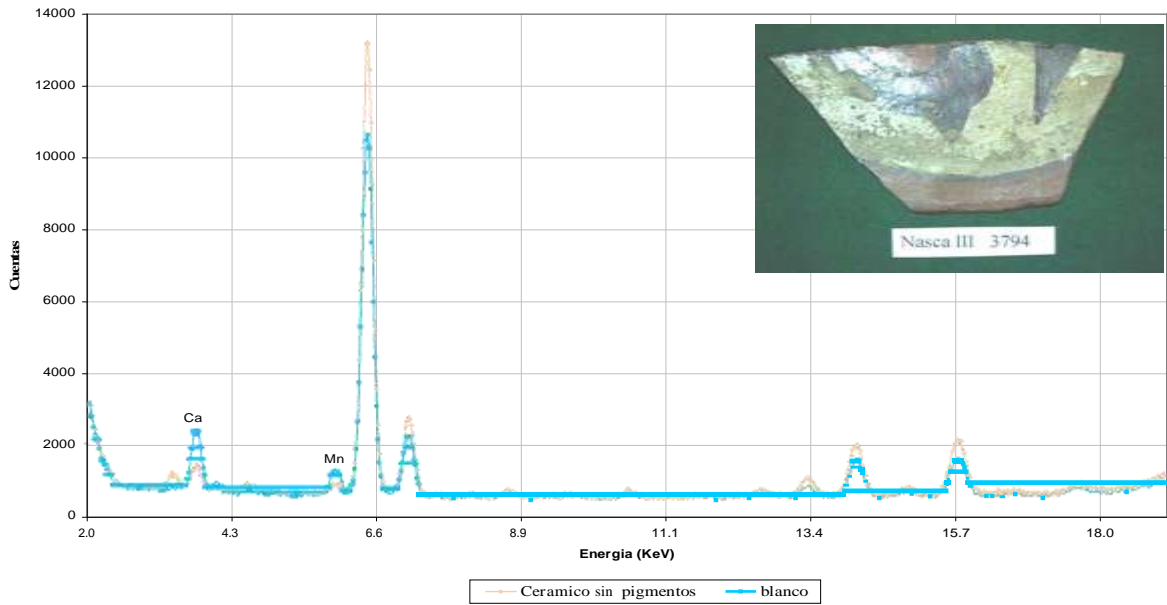


Figura 5: Pigmento blanco sobre cerámico Nazca III.

Pigmento Blanco sobre Nasca VII 2242

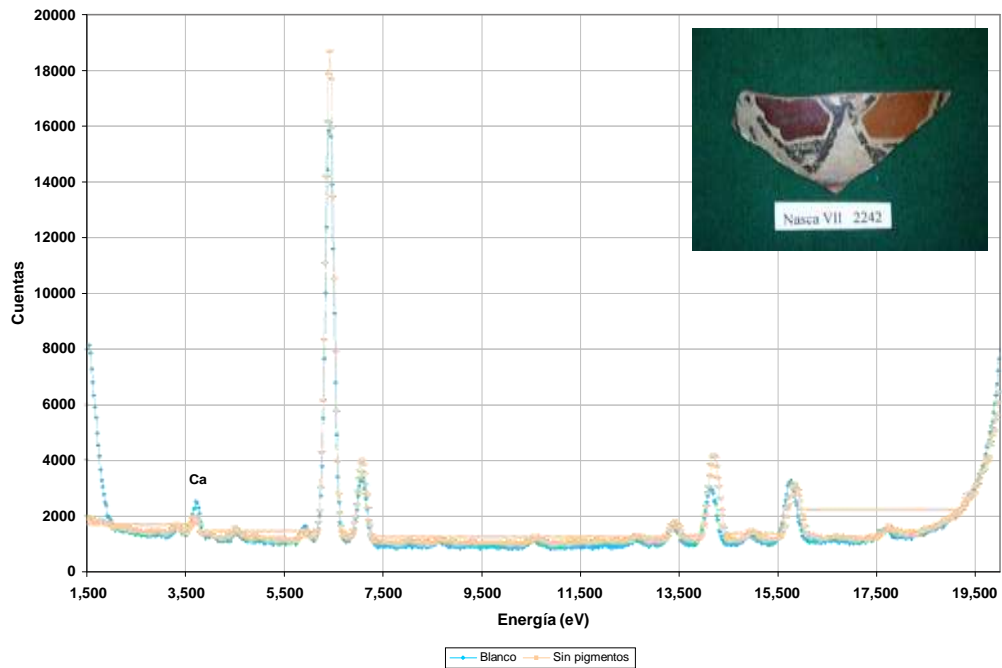


Figura 6: Pigmento blanco sobre cerámico Nazca VII.

Pigmento Blanco sobre ceramicos Nazca II

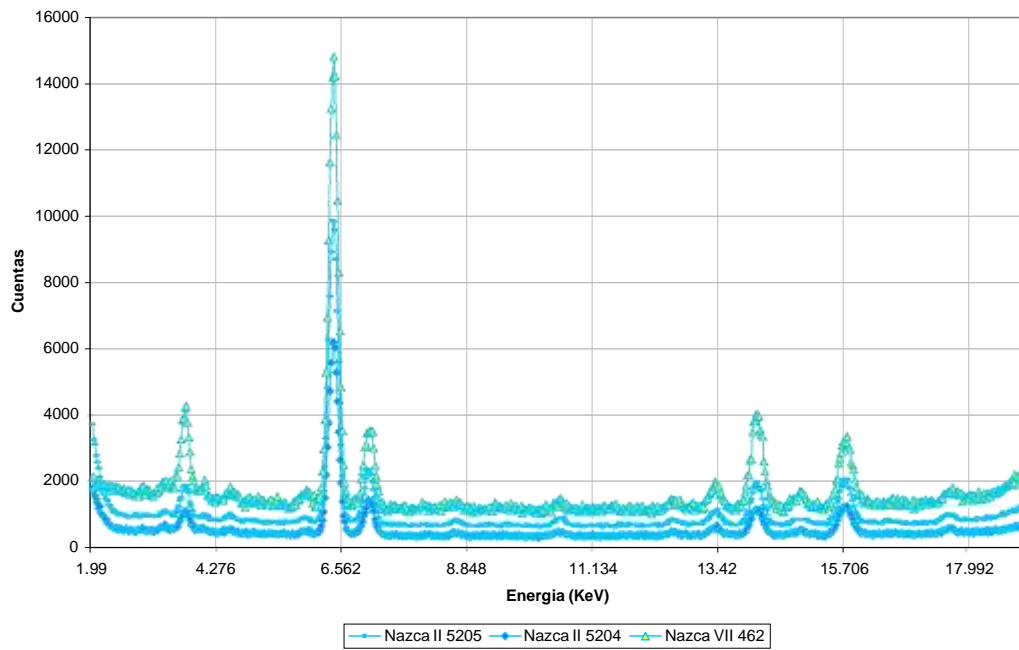


Figura 7: Pigmento blanco sobre cerámicas Nazca II y VII.

Pigmento Blanco sobre ceramico moderno
Temperatura de coccion normal

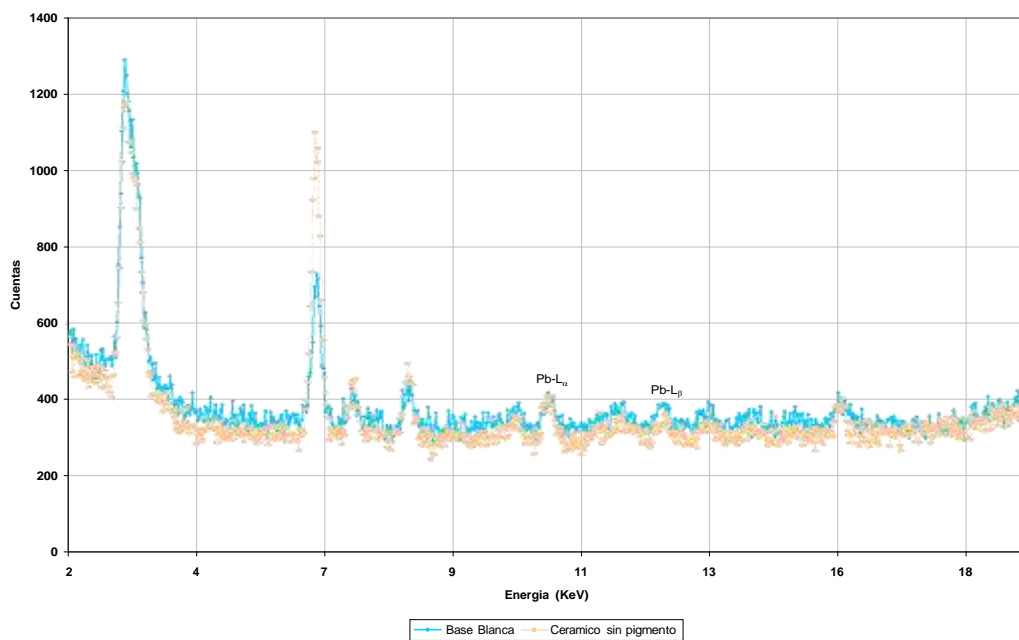


Figura 8: Pigmento blanco sobre cerámica moderna.

Nasca VII 2242
Pigmentos marron y anaranjado sobre base Blanca

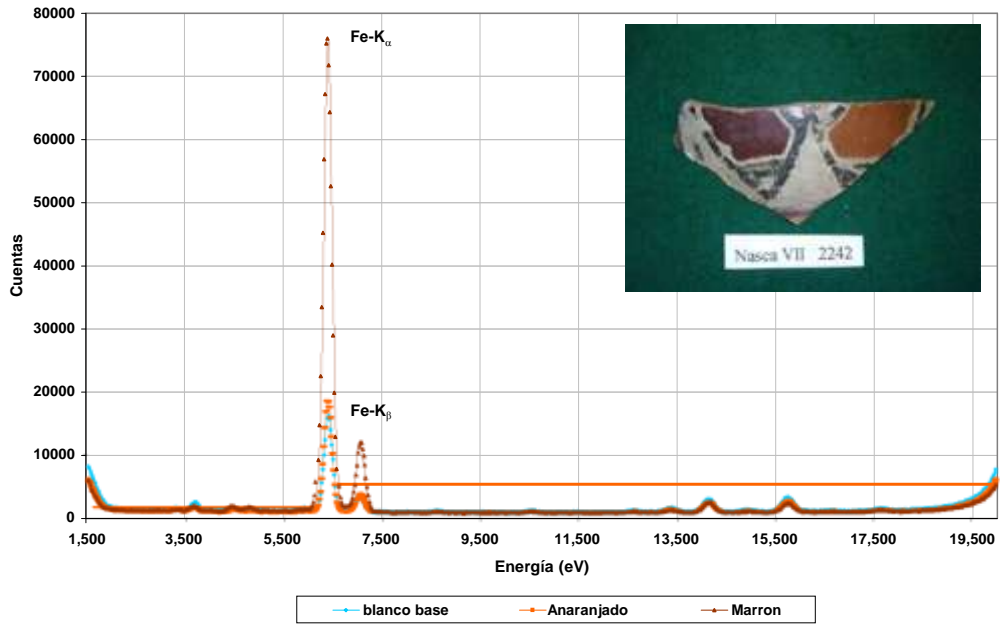


Figura 9: Pigmentos marrón y anaranjado sobre base blanca en cerámico Nazca VII.

Pigmentos marron y amarillo sobre ceramico Nazca VIII 2482

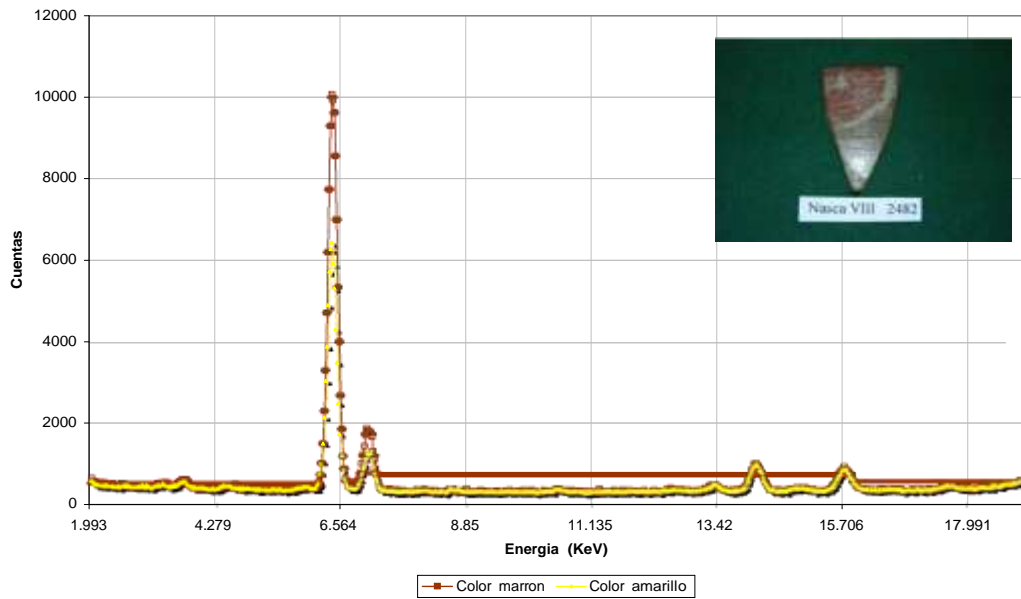


Figura 10: Pigmento marrón y amarillo sobre cerámico Nazca VIII.

Pigmento amarillo y marrón en cerámico Nazca VIII 765/26

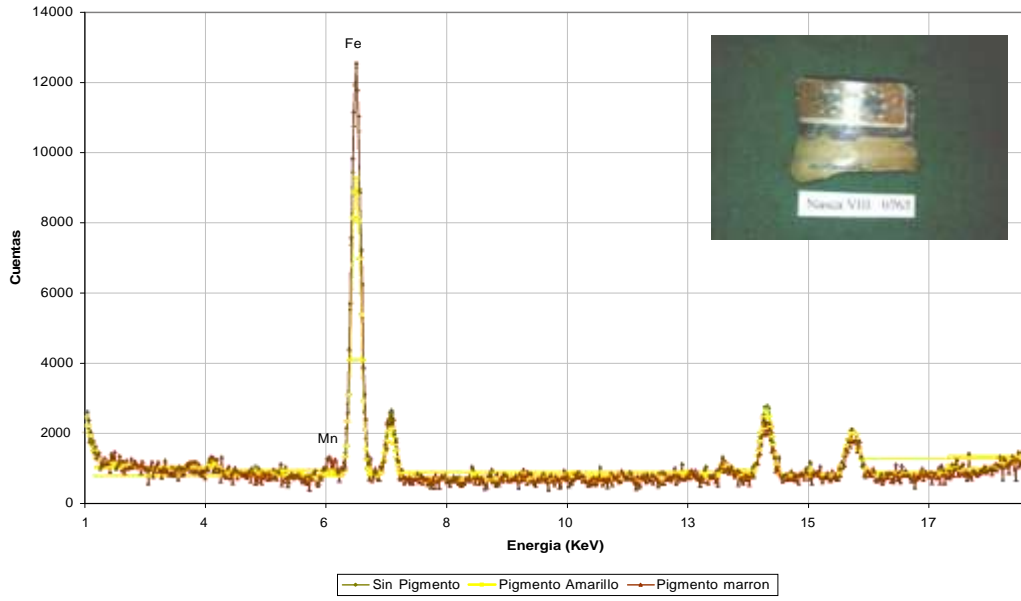


Figura 11: Pigmento amarillo y marrón sobre cerámico Nazca VIII.

Pigmentos amarillo, anaranjado y marrón sobre Blanco base en cerámico moderno

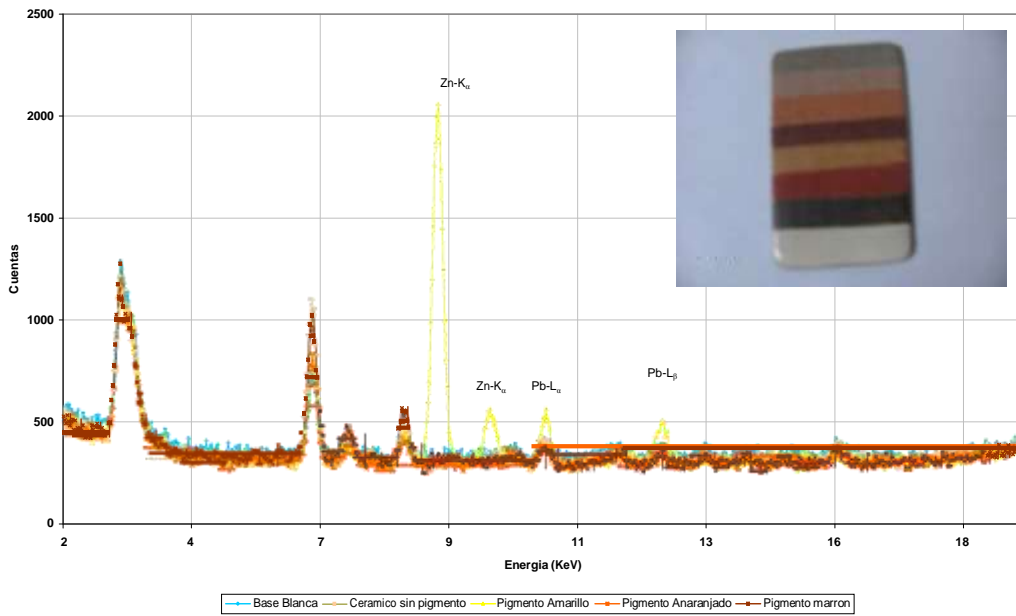


Figura 12: Pigmentos amarillo anaranjado y marrón sobre base blanca en cerámico moderno.

Identificación morfológica de microorganismos mediante neutrografía

Marco Munive*, Kety León, Oscar Baltuano

Dirección General de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear.

Resumen

La identificación morfológica ha ayudado a los taxónomos en la calificación y utilización de varios microorganismos. Un aporte a este proceso taxonómico se puede lograr mediante el uso de haces de neutrones o neutrografía, esta técnica que permite la identificación de varios medios de diferente densidad, tiene en cuenta la transmisión de neutrones y la sección eficaz de captura neutrónica del medio a analizar. Para la identificación de microorganismos con neutrones se requiere un medio convertidor y un medio de registro, el medio conversor de neutrones en alfas es una solución de ácido bórico con ^{10}B que se inocula a la muestra biológica a estudiar y el medio de registro tipo detector plástico de huellas nucleares (CR 39). La identificación morfológica de microorganismos como *E. Coli* y *Estafilococos aureus*, usando esta forma de neutrografía, han logrado resultados que coinciden con la información taxológica de dichos microorganismos.

Abstract

The morphologic identification has helped the taxonomist to classifying them and utilization of several microorganisms. An additional contribution to this process taxonomic can be achieved by means of the utilization of beams of neutrons or by means of neutrography, this technology that they allow the identification of several means of different density bears in mind the transmission of neutrons and the neutron capture cross section of the way to analyzing. For the identification of microorganisms with neutrons there is needed a half convertor and a detector, the half converter of neutrons in alphas is a solution of boric acid with ^{10}B that is inoculated to biological sample to studying and the way of record type plastic detector of truck nuclear (CR 39). The identification morphologic of microorganisms as *E. Coli* and *Staphylococci aureus*, using this form of neutrography, have achieved results that coincide with the information taxological of the above mentioned microorganisms.

1. Introducción

Los rasgos morfológicos (estructurales) han contribuido a los taxónomos por muchos años, clasificar los organismos. Los métodos más usados para la identificación microbiana están basados en criterios morfológicos, tinción diferencial, pruebas bioquímicas, etc. La identificación por forma o morfología es el primer paso en el proceso de identificación. Los organismos superiores, tienen rasgos anatómicos tan diferentes que pueden ser fácilmente utilizados en su clasificación, pero los microorganismos no poseen esta característica; es decir, los microorganismos que se ven tan parecidos bajo un microscopio, pueden diferir en propiedades bioquímicas, fisiológicas y/o serológicas. Sin embargo, aun cuando la morfología celular dice poco sobre las relaciones filogenéticas, sigue siendo útil para la identificación bacteriana; por ejemplo, la presencia de endosporas y su localización resulta de mucha utilidad en la identificación de bacilos esporulados. Es posible sacar conclusiones en relación con la morfología de una bacteria, examinando

una lámina que fue sometida a un proceso de tinción diferencial. Estos criterios morfológicos encabezan las primeras etapas del proceso de identificación bacteriana (Figura 1), la mayor parte de las bacterias, teñidas con Gram.



Figura 1: Foto de *E. coli*. (www.ucv.ve / Farmacia / Micro_web / Catedras02).

* Correspondencia autor: mmunive@ipen.gob.pe

Para realizar este tipo de identificación se requiere tener procesos de cultivos de varios días.

Lograr una imagen con neutrones recibe el nombre de neutrografía que es una técnica de *ensayo no destructivo*, similar a la radiografía común, donde se hace incidir el haz de neutrones transmitido en una muestra sobre un chasis, donde se encuentra un convertidor y una película radiográfica que transforma la radiación incidente en una imagen interna del objeto. Para este propósito, se utiliza uno de los haces radiales del reactor nuclear RP-10, pudiéndose analizar objetos de hasta un metro cúbico de volumen [1].

La neutrografía partiendo de la sección eficaz de captura neutrónica para diversos elementos, logra una imagen, pero ello no sólo depende de la sección eficaz de captura, sino del medio conversor de neutrones transmitido en una señal registrable. Una neutrografía común (Figura 2) usa convertidores de gadolinio o disprosio para convertir, a partir de los neutrones, fotones de luz que luego queman una placa radiográfica.

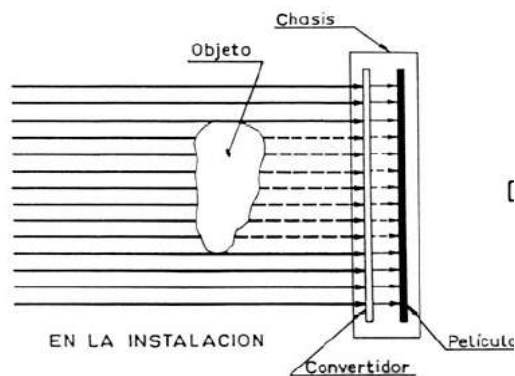


Figura 2: Esquema de neutrografía directa típica.

2. Fundamento

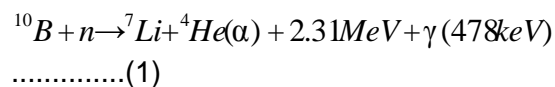
Las partes necesarias para obtener una imagen radiográfica con neutrones son: neutrones, muestra, objeto conversor y detector o registro de imagen.

En cuanto a los neutrones, se logra tener un flujo relativamente alto de estos elementos en un reactor nuclear o una fuente radiactiva (Cf252, Am-Be). Lo ideal es tener neutrones del rango energético muy bajo o neutrones térmicos para así aumentar

la posibilidad de interacción con elementos, el rango de energía promedio para nuestro caso es de 0.025 eV.

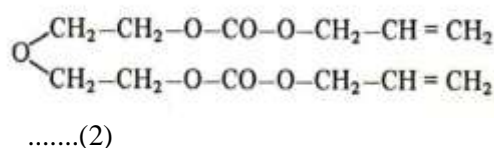
Las muestras que se utilizaron son cultivos de incubación; es decir, no requiere tener una gran población de microorganismos, esto ayuda a disminuir el tiempo de identificación de cualquier bacteria y por ello la respuesta ante cualquier patógeno. Las bacterias usadas en el presente trabajo fueron extraídas de sepa de *E. Coli* y *Estafilococos aureus*.

Para aumentar la sección eficaz de interacción de los microorganismo ante los neutrones, la colonia es inoculada con una solución de ácido bórico enriquecido con boro 10, este isótopo presenta una sección eficaz muy grande ante neutrones térmicos (3837 b); la colonia y la solución están sobre un portamuestra de vidrio, se deja que se evapore el agua de la solución y como parte final de preparación de la muestra, se coloca sobre ella un trozo de una lámina de polímero. La incidencia de neutrones sobre el boro genera partículas alfa con las siguientes características:



Las partículas alfa al tener un camino libre medio de corto alcance, son de difícil detección, para lograr registrarlas, se puede usar detectores plásticos como los polímeros, que en presencia de la radiación alfa, dejan una huella, también conocida como huella nuclear. Según el ángulo de incidencia de la radiación alfa sobre el polímero la huella nuclear registrada tendrá formas muy variadas, las cuales podrían ir desde círculos, si la interacción es perpendicular, hasta elipses si carecen de ella [2] Figura 3.

Los polímeros que se usan para este tipo de detección suelen ser LR 115 y el CR 39, este último posee la siguiente cadena de carbonos:



Fuente: Track Analysis Systems Ltd

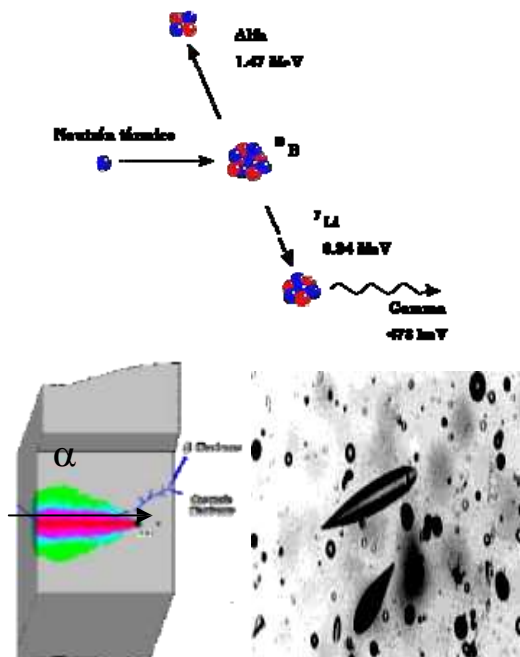


Figura 3: Arriba: Interacción neutrónica en un átomo de boro. Abajo: camino libre medio de una partícula alfa y huellas alfa registrados por detector plástico (www.erilresearch.com/).

3. Proceso experimental

Haz de neutrones

La identificación de bacterias se realizó en los laboratorios auxiliares del reactor RP-10, usando la facilidad externa o conducto de irradiación N° 4, con una potencia térmica de 320 kW, lo cual reporta un flujo de neutrones térmicos cercana a $5.6 \times 10^6 \text{ n.s}^{-1}.\text{cm}^{-2}$.

Preparación de muestra

Las muestras se prepararon en el laboratorio de biología, en un ambiente seguro para la manipulación de agentes patógenos. La preparación consistió en colocar sobre un portamuestras de vidrio, dos gotas de solución de ácido bórico, de 0.1 M de concentración, con volumen de 2 μl cada una, sola a una de las gotas se le inoculó con una pequeña muestra del cultivo del microorganismo a estudiar; la otra gota, se utilizó como muestra de control. La cepa de los microorganismos tiene un tiempo de cultivo promedio de 18 horas, luego es diluida y centrifugada por un tiempo de 5 minutos.

El portamuestra con las dos gotas es secado a temperatura ambiente, por un lapso de 8 a

10 minutos, una vez seca, se le coloca el polímero detector CR 39 de un tamaño suficiente que cubra ambas gotas; el porta muestra y el plástico detector se irradian con neutrones (Figura 4).

Proceso de irradiación

La irradiación al haz de neutrones se realiza en el conducto de irradiación N° 4, los tiempos de irradiación para cada muestra fueron de 1 hora, luego se retiró el detector plástico (CR 39), para realizarle el ataque químico correspondiente.

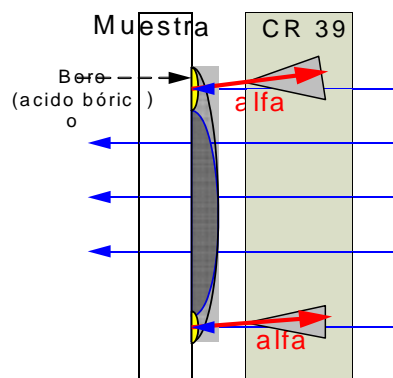
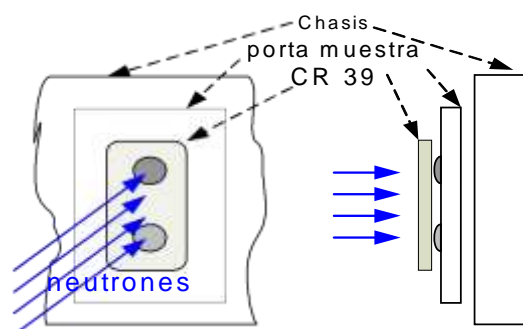


Figura 4: Arriba: esquema de ubicación de muestra borada y plástico detector frente al haz de neutrones. Abajo: esquema de la producción de huellas nucleares.

Proceso de obtención de imagen o huellas nucleares

La obtención de imagen en el detector plástico se logra mediante un ataque químico del mismo, con el cual se busca sacar micras de capa de polímero, las cuales están relacionados al tiempo de ataque con una sustancia agresiva a plásticos, buscando con ello hacer mas visible la huella nuclear producida por la partícula alfa ($E = 2.31 \text{ MeV}$).

Se procedió hacer el ataque químico del plástico CR 39, en una solución NaOH a 4,6 M, con temperatura de 70 °C, por un período

de 160 minutos, posteriormente se enjuaga y se deja secar.

Los plásticos son visualizados con microscópico óptico marca Meiji, amplificación de 20x100. Se registraron algunas fotos mediante una cámara digital.

Tratamiento de datos

Las huellas nucleares registradas depende de varios parámetros, el primer parámetro está relacionado con el tiempo de irradiación, seguido del tiempo de ataque químico (tamaño) y de la concentración de microorganismos en la gota de ácido bórico. Para el tiempo de irradiación y el ataque químico se utilizó la data de la referencia [3,4], tomando en cuenta la variación en forma, tamaño y al número de huellas.

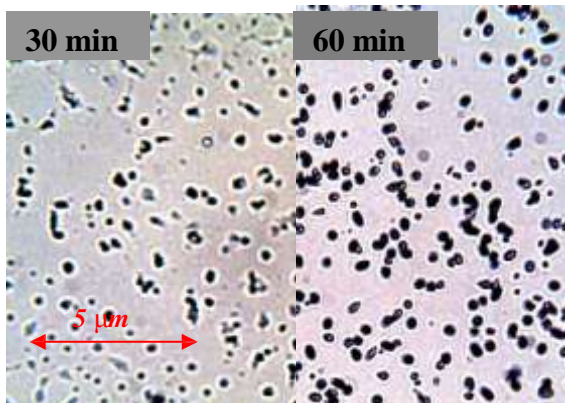


Figura 5: Tiempos de irradiación diferentes 30 y 60 minutos el numero de huellas por área es mayor a mayor tiempo de irradiación.

Para esta técnica no se requiere una población muy grande de muestra, por ello un parámetro que también contribuye es la preparación de la muestra biológica. Las muestras biológicas deben de ser diluidas en agua y centrifugadas en períodos de 5 minutos, con ello se busca que los microorganismos no formen colonias y se logre diferenciar individualmente (Figura 6).

Identificación de muestras

Las muestras de microorganismos que se registraron mediante esta técnica fueron cepas de *E. coli* y *Estafilococos aureus*. Los resultados preliminares mostraron que para este tipo de bacterias se logra tener una buena identificación morfológica. Con una mejora en el tratamiento químico del detector y la preparación de muestra pueden

lograrse resultados bastante relevantes (Figura 7 y 8).

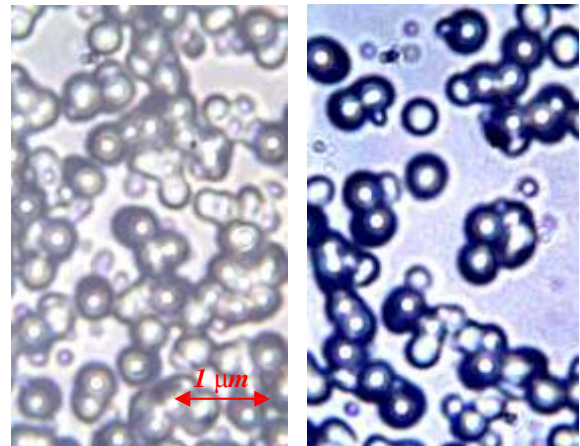


Figura 6: Huellas nucleares de muestra biológica. Izquierda: centrifugada una sola vez. Derecha: dos veces.



Figura 7: Arriba: huellas de la muestra de *E. coli*. Abajo: muestra de Micrografía SEM (<http://es.wikipedia.org/wiki/>).

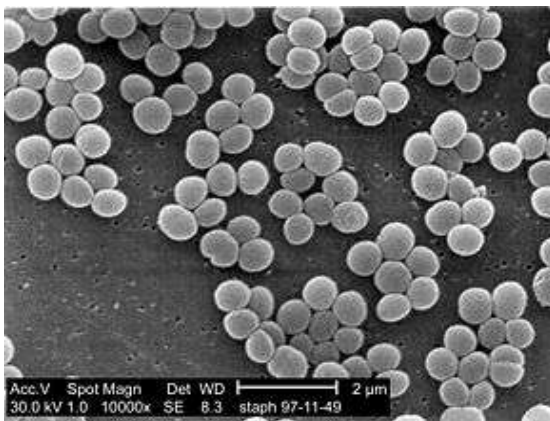
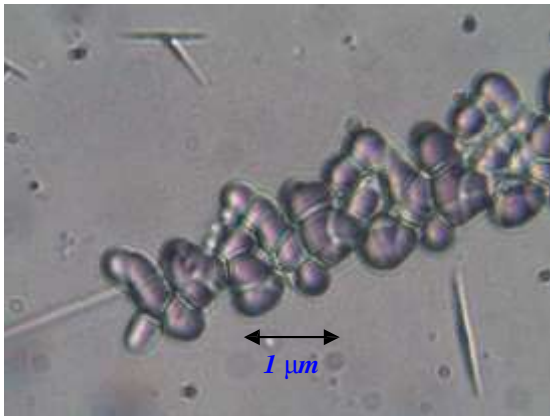


Figura 8: Arriba: huellas de la muestra de estafilococos aureus. Abajo: muestra de Micrografía SEM de colonias de *S. aureus*; (<http://es.wikipedia.org/wiki/>).

4. Conclusiones y comentarios

- Usando los haces de neutrones se propone una nueva técnica de identificación de bacterias, que agilizaría el proceso de identificación, reduciendo tiempo.
- Para la identificación de bacterias con períodos de cultivos muy largos y/o complicados (Ej. *Mycobacterium tuberculosis*), la técnica podría usarse sin problema, ya que la identificación se puede hacer en una muestra sin requerir cultivo.
- Las imágenes obtenidas de *E. Coli* y *E. Aureus* verifican la buena afinidad de las bacterias con un ambiente ácido y con el boro, lográndose una buena identificación morfológica por esta técnica.

5. Agradecimientos

Al Sr. Ángel Revilla, por su apoyo en el tratamiento químico de los detectores plásticos. Al Sr. Rolando Arrieta y al staff de operadores del reactor RP-10.

6. Referencias

- [1]. Ravello Y. Caracterización y puesta a punto de la facilidad de neutrografía del Reactor Nuclear RP-10. [tesis para optar el título de Licenciado en Ciencias mención: Física]. Lima: Universidad Nacional de Ingeniería; 2001.
- [2]. Ng, C.W.Y. Yip, J.P.Y. Ho, D. Nikezic¹, Non-destructive measurement of active-layer thickness of LR 115 SSNTD, Radiation Measure, El Sevier, sep 2003.
- [3]. Reinaldo Wacha,, Verginia R. Crispimb, Neutron radiography applied to the microorganisms Detection, Short communication Radiation Measure, El Sevier, October 1999.
- [4]. Reinaldo Wacha, Verginia R. Crispim, Claudia Lage, O uso da Neutronografia no Diagnostico da contaminacao por microorganismos.
- [5]. Reinaldo Wacha,, Verginia R. Crispimb, Neutron radiography applied to the microorganisms Detection, Short communication Radiation Measure, El Sevier, October 1999.
- [6]. Reinaldo Wacha, Verginia R. Crispim, Claudia Lage. O uso da Neutronografia no Diagnostico da contaminacao por microorganismos.

Importancia de la técnica de activación neutrónica para el análisis de elementos traza en materiales biológicos

Blanca Torres*, Patricia Bedregal, Pablo Mendoza, Marco Ubillus, Eduardo Montoya
Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470
Lima 41, Lima Perú

Resumen

El estudio de materiales biológicos actualmente tiene un interés creciente, por la importancia que tiene el conocimiento de la concentración de los elementos traza esenciales y tóxicos, para determinar los efectos que tienen en la salud y el medioambiente. En este trabajo se presenta el desarrollo de métodos de análisis para cuantificar elementos de interés en diferentes matrices como Se en huevo, Se en plasma, As, Hg, Sb, Na y Br en cabello, determinación multielemental en algas marinas en polvo; utilizando la técnica de Activación Neutrónica según el método del k_0 . Para asegurar la calidad de los resultados se analizaron los materiales de referencia: IAEA 366, IAEA A 392, MRC DOLT 3, en el caso de selenio en huevo se usó comparativamente el método de adición estándar.

Abstract

Nowadays, the studies in biological materials are increasing every day for the great importance to know the concentrations of the essential and toxic trace elements, to determine the effects on health and environment. This work show the development of the analytical methods to quantify interest element in different matrices so as Selenium in egg, Se in plasma, arsenic in human hair and multielemental concentrations in sea algae, using the k_0 based method Neutron Activation Analysis. To asses the quality of results we have used reference material such as IAEA 336 Lichen trace elements, IAEA-0392 Algae environmental level, MRC Dolt 3 Dog fish liver. In the case of selenium in egg the standard addition method was used to compare.

1. Introducción

La investigación de elementos traza en materiales biológicos se ha incrementado debido al rol que tienen en la salud y las enfermedades. Los elementos traza como tóxicos alcanzan el cuerpo humano a través de los alimentos, aire ambiental y otras exposiciones accidentales y ocupacionales. La utilidad de los elementos esenciales se debe a que son cofactores en el metabolismo enzimático. Desde el punto de vista de la seguridad en alimentos, es necesario tener información de los niveles de ambos, tóxicos y esenciales, para compararlos con los límites máximos permisibles dentro de los estándares nacionales e internacionales. En este contexto, una técnica moderna como el análisis por activación neutrónica tiene un papel importante en los programas de control y monitoreo ambiental. Desde el punto de vista de salud pública, es importante monitorear periódicamente el contenido de elementos traza en los alimentos, para asegurar el contenido de los elementos traza así como verificar si los elementos tóxicos están presentes en bajas concentraciones, y

que no implique riesgos para la salud humana [1]. En éste trabajo, uno de los elementos que se analiza es el selenio; que en un principio, se creía dañino para la salud pero ahora se conoce que es un elemento esencial para la salud y actúa como un antioxidante bloqueando las moléculas conocidas como radicales libres que dañan al DNA. Actualmente, se conoce que la ingesta de 200 microgramos de selenio previene el cáncer a la próstata, colon y tumores malignos de los pulmones. Por otro lado, la deficiencia de Se en animales está relacionada con la enfermedad degenerativa de los músculos blancos (white muscle disease) mientras que un exceso de Se en la dieta causa el "blind saggars". En los hombres la deficiencia de Se produce cardiomiopatía crónica, aumenta el tamaño del corazón o el músculo lo hace más grueso [2]. Desde hace algunos años, la determinación de niveles traza en cabello humano ha sido importante porque está siendo usado continuamente como

* Correspondencia autor: btorres@ipen.gob.pe

biomonitor de elementos traza esenciales o tóxicos como As, Hg que han sido propuestos para evaluar la exposición medioambiental, estado nutricional y para el diagnóstico de enfermedades. [3].

Desde el punto de vista nutricional, los investigadores están estudiando el valor proteico de muchos materiales biológicos, entre ellos, las algas marinas por su alto valor proteico, comparable con la soya pero de alta digestibilidad, los nutrientes y micro nutrientes contenidos en ellas son ricos en oligoelementos, minerales como el Na, Ca, Mg, Zn, K, P, Fe, Cu, Al, S y son empleados para combatir la anemia [4]. Entre las mujeres pre-menopáusicas japonesas el cáncer a la mama es 3 veces menor porque ingieren dietas con contiene Fucoidal, un éster sulfato polisacárido presente en las paredes celulares de estas plantas que actúa estimulando el sistema inmunológico, ejerciendo una acción antitumoral. Actualmente, se esta haciendo un tratamiento de los principios activos para crear fármacos contra el cáncer [5].

En este trabajo se ha determinado los elementos anteriormente mencionados, utilizando la técnica de activación neutrónica. Simultáneamente, para asegurar los resultados obtenidos se han analizado materiales de referencia de matriz parecida a las muestras y en el caso de Se en huevo, por no tener una muestra de control se ha utilizado el método de adición estándar para comprobar los resultados obtenidos.

2. Análisis de los materiales biológicos

2.1 Toma y preparación de la muestra

a. Muestra de huevo: Las muestras fueron secadas y liofilizadas a 25 °C molidas y homogenizadas, luego se tomó alícuotas para realizar el análisis respectivo.

b. La muestra de plasma liofilizado no tuvo un pretratamiento para el análisis.

c. La muestra de cabello: fue recolectada y lavada de acuerdo con el protocolo recomendado por el OIEA [3]; los filamentos de cabello fueron cortados cerca de la región occipital a una longitud aproximada de 5 cm y guardados dentro de bolsas de polietileno, para ser cortados en pedazos de 2 mm de longitud utilizando tijeras de acero inoxidable y luego lavados en un matraz con EXTRAN neutro, acetona y agua [6] y secado en un papel de filtro a temperatura ambiente.

d. La muestra de algas en polvo fue analizada sin ningún tratamiento.

2.2 Procedimiento analítico

Se pesaron aproximadamente 300 mg de cada muestra biológica por triplicado al igual que los materiales de referencia luego se hicieron pastillas de 13 mm de diámetro y 2 mm de espesor utilizando una prensa hidráulica, las pastillas se pusieron en bolsita de polietileno y luego envueltas en papel de aluminio para codificarlas; de la misma manera, se procedió con los comparadores de sodio y blancos. Para cada material biológico se siguió el siguiente procedimiento:

a. Análisis de Se en muestras de huevo (clara y yema). Se tomaron alícuotas de aproximadamente 300 a 400 mg y se hicieron pastillas utilizando una prensa hidráulica y puestas en bolsitas de polietileno y aluminio previamente codificados para luego ser irradiadas conjuntamente con los comparadores de sodio preparados de la misma forma. Las irradiaciones fueron hechas en el reactor de 10 MW durante 3 h a un flujo de $4 * 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, después de 14 días de decaimiento las muestras y material de referencia fueron medidos en un espectrómetro gamma de alta eficiencia en contacto detector- muestra durante 10000 s y los comparadores de sodio después de 8 días durante 500 s. El tratamiento del espectro se realizó utilizando el Genie 2 K a una energía de 264.7 keV correspondiente al ^{65}Se . El cálculo de la concentración se realizó considerando el factor de dilución por liofilización en un programa elaborado por el laboratorio.

Para asegurar la calidad de los resultados y por no contar con material de referencia certificado para dicha matriz se procedió a realizar la determinación de Se por el método de adición estándar que consiste en: A una sub muestra de la muestra analizada por activación neutrónica se le agregó una solución estándar con concentraciones conocidas de Se, en éste caso 100 y 200 μg y mediante una curva de calibración se obtiene la concentración de la muestra extrapolando hacia el eje de las X y por intercepto con ella se obtiene la concentración de Se en la muestra desconocida. [7].

b. Análisis de Se en muestras de plasma liofilizado: Se tomaron alícuotas de aproximadamente 200 a 300 mg, se hicieron

pastillas utilizando una prensa hidráulica y se colocaron en bolsitas de polietileno y aluminio previamente codificados, para luego ser irradiadas conjuntamente con comparadores de sodio, material de referencia y blancos preparados de la misma forma. Las irradiaciones fueron hechas en el reactor de 10 MW durante 5 h a un flujo de $4 \times 10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Después de 10 días de decaimiento las muestras y material de referencia fueron medidos en un espectrómetro gamma de alta eficiencia, a una distancia detector muestra de 12.5 mm, durante 10000 s y los comparadores de sodio después de 8 días durante 500 s. El tratamiento del espectro se realizó utilizando el programa Genie 2 K de CANBERRA, para identificar y evaluar el ^{75}Se a una energía de 264.7 keV. El cálculo de la concentración se realizó con un programa elaborado en el laboratorio.

c. Análisis de As, Hg, Sb, Br y Na en cabello: Se pesaron 250 mg aproximadamente de cabello previamente preparado en un porta muestra de polietileno y sellado herméticamente al calor al igual que la muestra de referencia, comparadores de sodio y blancos, colocados dentro de un vial de irradiación, poniendo alternadamente muestra y comparador, para ser enviado al núcleo del reactor mediante un sistema neumático a 320 kW y a un flujo de $5 \times 10^{11} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ e irradiado durante 5000 s. Después de un tiempo de decaimiento de 6 días las muestras se midieron en contacto detector muestra durante 10000 s y los comparadores de sodio durante 600 s. Luego fueron procesados los espectros mediante el programa Genie 2 K, para evaluar e identificar siguientes radioisótopos: ^{76}As a 559.1 keV; Hg a 279 keV; ^{122}Sb a 564 keV; ^{82}Br a 776.5 y ^{24}Na a 1368.5 keV. La concentración de los elementos se calculó mediante un programa elaborado en el laboratorio.

d. Determinación multielemental en muestras de alga en polvo: Se pesaron aproximadamente 500 a 700 mg de alga en polvo dentro de un porta muestras de polietileno sellado herméticamente al calor al igual que la muestra de referencia, comparadores de sodio y blancos, colocados dentro de un vial de irradiación, poniendo alternadamente muestra y comparador, para ser irradiado los elementos de vida media corta en el núcleo del reactor a 320 kW y a un

flujo de $5 \times 10^{11} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ mediante un sistema neumático para ser irradiados durante 600 s y medidos después de 400s a 217 mm detector muestra durante 600s. Posteriormente, los espectros fueron procesados mediante el programa Genie 2 K, para evaluar e identificar los siguientes radioisótopos: ^{28}Al a 1779 keV; ^{49}Ca a 3084 keV; Cl a 2167 keV; ^{66}Cu a 1039 keV; ^{128}I a 443 keV; ^{42}K a 1524 keV; ^{27}Mg a 1014 keV; ^{56}Mn a 1811 keV; ^{24}Na a 1368 keV y ^{52}V a 1431 keV. La concentración de los elementos se calculó mediante un software elaborado en el laboratorio.

Irradiación de elementos de vida media y larga: Las muestras, materiales de referencia, comparadores y blancos puestos dentro de un vial de irradiación para ser irradiados durante 6 h en el reactor nuclear a un flujo de $4 \times$

$10^{13} \text{ n.cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, después de un decaimiento de 14 d fueron medidos en el espectrómetro gamma durante 10000 s a 12.5 mm detector-muestra y luego los comparadores fueron medidos después de 10 h durante 2000s y evaluados los espectros mediante el programa Genie 2 K para evaluar e identificar los siguientes radionucleidos: ^{56}As a 559 keV; ^{131}Ba a 496 keV; ^{82}Br a 776 keV; ^{115}Cd a 528 keV; ^{141}Ce a 145 keV; ^{60}Co a 1332.5 keV; ^{51}Cr a 320 keV; ^{134}Cs a 796 keV; ^{59}Fe a 1099 keV; ^{181}Hf a 482 keV; y ^{140}La a 1596 keV. La concentración de los elementos se calculó mediante un programa elaborado en el laboratorio.

3. Resultados

Los resultados obtenidos en el presente estudio se presentan en las tablas 1 al 5. La validación de los métodos utilizados se evaluó usando los materiales de referencia IAEA 336 Lichen trace elements, DOLT 3 Dog fish liver, IAEA A392 Algae environmental level. En el caso de Se en huevo se utilizó el método de adición estándar para comparar los resultados con los obtenidos por activación neutrónica. Todos los resultados concuerdan con los valores certificados.

Tabla 1: Determinación de Se en muestra de huevo por AAN y Adición estándar. Resultados en mg/kg.

| Muestra | Resultado QUIM | MRC |
|---------|----------------|--------|
| X AAN | 0.42 +/- 0.06 | |
| Ad. Std | 0.0178 | 0.0184 |

Figura 1: Determinación de Se en clara y yema de huevo por el método de Adición Estándar.

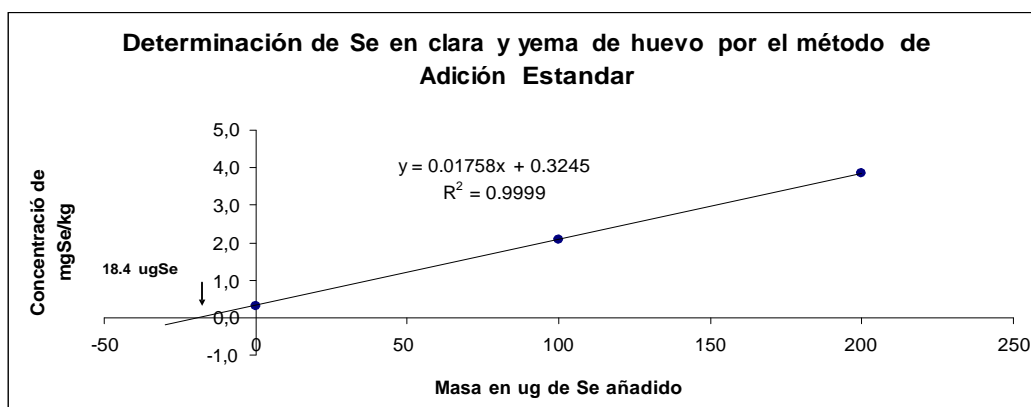


Tabla 2: Determinación de Se en muestra de plasma liofilizado. Resultados en mg/kg.

| Muestra | Resultado QUIM | MRC |
|---------|----------------|---------------|
| X AAN | 3.30 +/- 0.25 | |
| DOLT 3 | 7.22 +/- 0.03 | 7.06 +/- 0.48 |

Tabla 3: Determinación de As, Br, Hg, Na, Sb en muestra de cabello por AAN. Resultados en mg/kg.

| Elemento | Resultado +/- I.C | L.D |
|----------|-------------------|------|
| As | ND | 0.05 |
| Br | 2.88 +/- 0.10 | |
| Hg | 1.41 +/- 0.04 | |
| Na | 9.96 +/- 0.67 | |
| Sb | 0.032 +/- 0.007 | |

Tabla 4: Determinación de As, Br, Na, Sb en muestra de MRC-IAEA Lichen 336 Lichen trace element. Resultados en mg/kg.

| Elemento | QUIM +/- I.C | MRC 392 +/- I.C |
|----------|-----------------|-----------------|
| As | 0.61 +/- 0.07 | 0.63 +/- 0.16 |
| Br | 11.7 +/- 0.5 | 12.9 +/- 3.4 |
| Na | 315.6 +/- 3.3 | 320 +/- 80 |
| Sb | 0.060 +/- 0.007 | 0.073 +/- 0.020 |

Tabla 5: Determinación multielemental en Mr IAEA A392 IAEA A392 A Algae environmental level Resultados en mg/kg.

| Elemento | Resultados | Valores certificados |
|----------|----------------|----------------------|
| Al | 39.28 +/- 0.49 | 37.26 +/- 3.99 |
| Ca | 2760 +/- 280 | 2698 +/- 13 |
| Cl | 804 +/- 34 | 815 +/- 62 |
| Cu | 20.64 +/- 6.49 | 22.38 +/- 1.41 |
| K | 8181 +/- 970 | 9112 +/- 188 |
| Mn | 68.47 +/- 7.48 | 66.39 +/- 1.49 |
| Mg | 2520 +/- 31 | 2314 +/- 87 |
| Na | 690 +/- 53 | 661 +/- 24 |
| V | 1.36 +/- 0.19 | 1.13 +/- 0.13 |

Tabla 6: Determinación multielemental en la muestra de algas. Resultados en mg/kg.

| Elemento | Unidad | Resultados +/- L.C |
|----------|--------|--------------------|
| Al | mg/kg | 2460 ± 220 |
| As | µg/kg | 6.20 ± 0.70 |
| Ba | mg/kg | 30.44 ± 1.20 |
| Br | mg/kg | 358 ± 10 |
| Ca | mg/kg | 8800 ± 2100 |
| Cd | µg/kg | 3.40 ± 0.10 |
| Ce | mg/kg | 2.10 ± 0.10 |
| Cl | mg/kg | 14160 ± 450 |
| Co | mg/kg | 0.751 ± 0.048 |
| Cr | mg/kg | 2.50 ± 0.20 |
| Cs | mg/kg | 0.080 ± 0.010 |
| Cu | mg/kg | 2.80 ± 0.32 |
| Fe | mg/kg | 1060 ± 140 |
| I | mg/kg | 98 ± 14 |
| K | mg/kg | 20490 ± 3300 |
| Mg | mg/kg | 22950 ± 360 |
| Mn | mg/kg | 47.0 ± 3.6 |
| Na | mg/kg | 11750 ± 320 |
| Pb | µg/kg | 3.300 ± 0.048 |
| Rb | mg/kg | 11.66 ± 0.86 |
| Sb | mg/kg | ND 0.1 |
| Sc | mg/kg | 0.303 ± 0.037 |
| Se | mg/kg | 0.230 ± 0.021 |
| Sr | mg/kg | 87.0 ± 13.0 |
| Zn | mg/kg | 20.00 ± 2.10 |

4. Conclusiones

Se ha establecido métodos analíticos adecuados para la determinación de elementos en materiales biológicos.

Como se muestra en los resultados obtenidos la técnica de activación neutrónica juega un papel muy importante en diferentes campos de la investigación como se informa aquí relacionado con los materiales biológicos. Su

importancia radica en su alto grado de exactitud y en el mismo proceso analítico: Poco manipuleo de las muestras, alta sensibilidad, consiguiendo resultados por debajo de los máximos permisibles, cantidad pequeña de muestra utilizada. En experimentos de los investigadores la técnica ayuda esencialmente para el control y prevención de la salud; monitoreo, control y regulación del medioambiente; nutrición, caracterización.

5. Bibliografía

[1] Parr RM. Current role of NAA in biological and health related environmental studies as exemplified by program of the IAEA. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. 2001; 244(1).

[2] Katz SA, Chatt A. The use of hair as a biopsy for trace elements in the human body. NAHRES-22. Vienna: Austria; 1994.

[3] IAEA. Application of hair As an indicator for trace element exposure in man. A. Review NAHRES-22. Vienna: Austria; 1994.

[4] Valentín Arteaga. Las algas marinas. *Revista Interforum* [serie en Internet] 2001. [citado el 27 May 2007]. Disponible en: www.revistainterforum.com/espaol/articulo/0827761/Naturalmente.htm.

[5] Grupo Zeltia. Aislamiento de nuevas entidades químicas (NCE) de origen marino con utilidad terapéuticas *Materia progress*. [serie en Internet]. Disponible en: <http://fadweb.org/premsamater/wp-content/uploads/2008/02/01algszeltia.pdf>

[6] Vasconcellos MBA, Bode P, G. Paletti G, Catharino GM, Ammerlaan AK, Saiki M, Fàvaro DLT, Byrne AR, Baruzzi R, Rodríguez DA. *Journal of Radioanalytical Chemistry*. 2000; 244(1): 81-85.

[7] Montoya E, Mendoza P, Torres B. Implementation and Evaluation of Limited versión of the INAA-k-Sub-Cero Standardization Method. *Proceedings of a 2nd. Interantional k₀ Users Workshop*. Ljubljana: Slovenia; 1996. p. 148-151.

[8] Harris Daniel. *Quantitative analysis 6th Edition* New York W.H. Freeman; 2003.

Application of the Allen – Oxley iterative method of phase retrieval to series of images obtained by focus variation

Iván Lobato¹, Eduardo Montoya²

¹ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupac Amaru 210, Lima 25, Perú

² Departamento de Química, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se describe la aplicación del método iterativo de recuperación de fase a una serie de imágenes obtenidas a diferentes valores de desenfoque. Se muestra que el esquema iterativo es robusto en presencia de discontinuidades en la fase. La aplicación de este método a un conjunto de imágenes experimentales tomadas usando rayos-X es investigada. Se discute brevemente el programa de computadora que puede reproducir la simulación y el análisis experimental de los datos de las imágenes.

Abstract

The application of the iterative method of phase retrieval to series of images obtained at different defocus values is described and discussed. It is shown that the iterative scheme is robust in the presence of discontinuities in the phase. The application of these methods to a set of experimental images taken using X-ray imaging is investigated. A computer program which can reproduce the simulations and analyse experimental image data is briefly discussed.

1. Introduction

Non-interferometric determination of the phase of quantum mechanical and classical wave fields (i.e. phase retrieval) is a topic of current interest in a number of areas where either phase imaging or structure retrieval is an issue. For example, phase measurement is topical for optical, X-ray, neutron, electron and atom wave fields. However, these measurements are made possible by the fact that the thin Transmission Electron Microscopy (TEM) sample acts as a phase object on the electron wave and that the phase shift is directly related to the sample inner potential. In this paper we develop and apply iterative method of phase retrieval from series of images taken at different defocus values.

The accurate determination of size distributions on materials consisting in metal nanoparticles which are embedded in a matrix is not always straightforward, from TEM or HRTEM images. In a paper by Donnadieu *et al.* [1] an approximated method of phase retrieval, based on an approximated solution of the transport intensity equation (TIE), has been proposed for the imaging of dense nanodot assemblies. According to the cited authors, the method is of easy

implementation and can be used in standard transmission electron microscopes. Besides the determination of the heights and chemical composition of the nanodots, discussed in [1], the knowledge of the phase of a HRTEM image would allow a better determination of the size and shape of the particles. The price of the approximations made in the cited reference is a low resolution which is determined by the defocus between images. On the other hand the minimal useful defocus depends on the changes in the image while defocusing, which is depending on the studied material. In practical terms, a resolution of 2.5 nm has been reported in reference [1] for a difficult material comprised by 10 nm silicon nanodots deposited onto an oxidized Si(100) surface. The low resolution would impair the good determination of the size and shape of very small particles like those mentioned before.

The present work describes the implementation of the iterative method proposed by Allen and Oxley [2], and its application to the case of the afore mentioned silicon nanodots deposited onto an oxidized Si(100) surface, using the TEM images published by Donnadieu *et al.* [1].

* Corresponding author: emontoya@ipen.gob.pe

2. Iterative Method of Phase Retrieval

Retrieval

Following reference [2], the starting point is the Schrödinger equation for the propagation of a wave in free space and in three dimensions,

$$(\nabla^2 + k^2)\Psi(\mathbf{r}) = 0 \quad (1)$$

Where k is the wave number and is related to the wavelength of the radiation by $k = 2\pi/\lambda$. Let us assume that the wave function $\Psi(\mathbf{r})$

can be considered as a perturbation of a plane wave traveling along the z direction and can be written in the form

$$\Psi(\mathbf{r}_\perp, z) = \exp(ikz)\xi(\mathbf{r}_\perp, z) \quad (2)$$

Where \mathbf{r}_\perp is a vector in the x - y plane and perpendicular to the z direction. Then with the paraxial approximation that the second partial derivative of $\xi(\mathbf{r}_\perp, z)$ with respect to

z is small, i.e. $\partial^2(\xi(\mathbf{r}_\perp, z))/\partial z^2 \approx 0$, the result is

$$(\nabla_\perp^2 + 2ik\partial_z)\xi(\mathbf{r}_\perp, z) = 0 \quad (3)$$

Where ∇_\perp operates in the x - y plane and ∂_z should be read as the short-hand notation for $\partial/\partial z$. From the equation (3) we have that the formal solution is:

$$\nabla_\perp^2 \xi(\mathbf{r}_\perp, z) = -2ik\partial_z \xi(\mathbf{r}_\perp, z) \quad (4)$$

$$\xi(\mathbf{r}_\perp, z) = \exp\left(\frac{i\Delta z\lambda}{4\pi}\nabla_\perp^2\right)\xi(\mathbf{r}_\perp, z=0)$$

From which, using the properties about derivatives of Fourier transforms, it is shown

$$\xi(\mathbf{r}_\perp, z) = \mathcal{F}^{-1}\left[\exp\left(-\frac{i\Delta z\lambda}{4\pi}\nabla_\perp^2\right)\mathcal{F}\xi(\mathbf{r}_\perp, z=0)\right] \quad (5)$$

The last equation describes the free space propagation of the wave function from the plane at $z = 0$ to that at $z = \Delta z$. The wave functions can be written in terms of intensity and phase as,

$$\xi(\mathbf{r}_\perp, z) = I^{1/2}(\mathbf{r}_\perp, z) \exp[i\phi(\mathbf{r}_\perp, z)] \quad (6)$$

In the iterative method of Allen and Oxley, the equations (5) and (6) are used in the following way: Starting at the principal (central) plane, a wave function is constructed, via equation (6), from the intensity of the known image and a guess for the phase map (in practice zero everywhere). This wave function is propagated to the next plane using the equation (5). Unless the initial guess for the phase is correct, the

intensity of the propagated function will not agree with that of the known image at this plane. So the intensity of the propagated wave function is replaced with the known

values. The step of propagation – intensity correction is repeated until reaching the last plane. Then the steps are applied in back propagation, crossing the central plane and continuing until the first plane is reached and

finally the steps are applied from the first plane until the central plane is reached again. All this constitutes one cycle of the iterative procedure and after completed the sum squared error (SSE) is calculated according reference [3], using the equation (7). Then the iterations continue until either a convergence criterion, defined in terms of SSE, is satisfied or the SSE not longer decreases and stagnation occurs. Following reference [2]

the Allen – Oxley iterative algorithm is represented as a schematic diagram in Figure 1, for a series of five images.

$$SSE = \frac{\sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N \left(I_{found}(x_i, y) - \sqrt{I_{known}(x_i, y_j)} \right)^2}{t \cdot h \cdot a} \quad (7)$$

$$\sum_{i=1}^N$$

$$\sqrt{\sum_{i=1}^N I_{kno}^{wn} (x_i, y_j)}$$

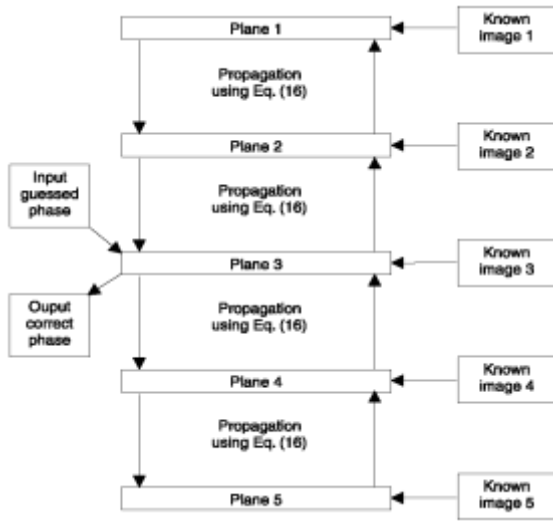


Figure 1: Schematic diagram of the Allen-Oxley iterative method, taken from reference [2].

To test the performance of the Allen – Oxley iterative method, the authors of reference [2] used the following model image and phase maps (assumed to be at zero defocus). The image is given by

$$I(x, y) = 1.0 - 0.9 \left(\exp \left\{ -b^2 \left[(x - x_1)^2 + (y - y_1)^2 \right] \right\} + \exp \left\{ -b^2 \left[(x - x_2)^2 + (y - y_2)^2 \right] \right\} \right) \quad (8)$$

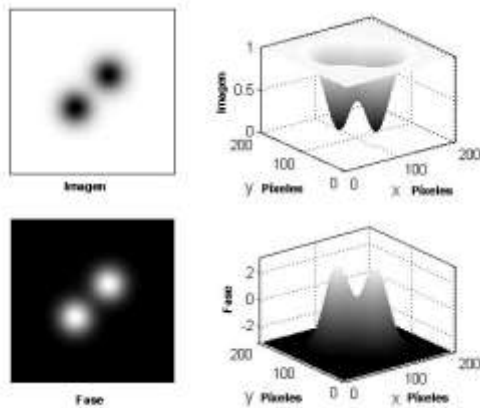


Figure 2: Input model image and phase given by Eqs. (8) and (9) (assumed to be at zero defocus) and shown as both grey scale and surface plots.

where $b = 0.04$. The location of the centre of the first Gaussian peak is at (x_1, y_1) with $x_1 = 2n_x/5$ and $y_1 = 3n_y/5$ and n_x and n_y are the numbers of pixels along the x and y directions respectively. The second Gaussian

$$\varphi(x, y) = 0.95 \left\{ \frac{2\pi}{0.9} [1.0 - I(x, y)] - \pi \right\} \quad (9)$$

The factor 0.95 is used by the authors of the cited reference to avoid phase wrapping due numerical errors during calculations.

3. Results and Discussion

The two first columns of the Figure 3 shows a series of simulated images and its corresponding phases, prepared following the reference [2], using the equations (8) and (9) followed by the application of the equations (6) and (5). The obtained images and phases reproduce very well those shown in two first columns of the Figure 4 of the reference [2]. Following reference [2], for each intensity image and its corresponding phase, a defocus series of 5 intensity images was “prepared” by calculation, using a defocus step of 10 mm, keeping the initial image at the central plane.

| Defocus | Intensity | Phase Map | Recovered Intensity | Recovered Phase Map | Recovered Phase Map - Unwrapped |
|---|-----------|-----------|---------------------|---------------------|---------------------------------|
| $\Delta f = 0$ mm (SSE = 1.05×10^{-9}) | | | | | |
| $\Delta f = -4$ mm (SSE = 1.56×10^{-9}) | | | | | |
| $\Delta f = -8$ mm (SSE = 1.70×10^{-9}) | | | | | |
| $\Delta f = -12$ mm (SSE = 2.04×10^{-9}) | | | | | |
| $\Delta f = -16$ mm (SSE = 2.35×10^{-9}) | | | | | |
| $\Delta f = -20$ mm (SSE = 4.24×10^{-9}) | | | | | |

is centred at (x_2, y_2) with $x_2 = 3n_x/5$ and $y_2 = 2n_y/5$. The phase almost covers the range between $-\pi$ and π and is given by

Figure 3: Defocus series and phase retrieval, by using the Allen – Oxley iterative algorithm implemented in the present work. The SSE values for the recovered intensity image, after N=1000 iterations, are given inside parentheses. The intensity and Phase maps prepared by free space propagation. The recovered phase maps have resulted accurate in all cases.

The images have a size of 256 x 256 pixels and represent an object of 1 mm by 1 mm, imaged with a HeNe laser ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$).

Two differences between the images prepared in the reference [2] and the present ones are the size, which is 193x193 pixels in reference [2], and the value of the parameter b in the equation (8) which is $b = 0.04$ in the present work, being $b = 0.0028$ in the cited reference. In the present work, the changes in size were

made for a better performance of the Fast Fourier Transform operations and the changes in b were done for keeping the aspect of the prepared images as close as possible to the aspect of the images shown in the Figure 4 of the cited reference.

Figure 5 is shown in the right part of the figure. The value of the SSE after $N = 1000$ iterations is shown for each case.









| Intensity | Phase | Recovered Intensity, Recovered Phase and Annotations |
|---|---|--|
|  |  | Wave function: $\zeta(r_x, z) = \text{MarkTwain}^{\text{int}}(r_x, z) \exp\{i \text{DeBroglie}^{\text{ph}}(r_x, z)\}$ $\Delta f = 0 \text{ mm}$ |
|  |  | $\Delta f = -4.28 \text{ mm}$ |
|  |  | $\Delta f = -8.56 \text{ mm} \quad N = 1000 \quad \text{SSE} = 7.98 \times 10^{-5}$ |
|  |  | $\Delta f = -12.84 \text{ mm}$ |

Figure 4: Defocus series prepared by free space propagation, after reference [5], and recovered intensity image and phase map, by using the Allen – Oxley iterative algorithm implemented in the present work.

The Figure 4 shows the intensity images and corresponding phase maps, obtained by free space propagation, following the reference [5]. The pictures of Mark Twain (used as intensity image) and L. de Broglie (used as phase map), in the Figure 1 of the cited reference were used as the starting image and phase map at $\Delta f = 0 \text{ mm}$. The images have a

size of 256×256 pixels (1.28 mm by 1.28 mm), and radiation of $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ has been

used. Again the obtained images and phases reproduce very well those shown in the Figure 3 of the reference [5].

The last column of Figure 3 shows the retrieved phase, obtained by application of the implemented Allen – Oxley iterative method to the images of the first column. The upper part of Figure 5 shows the retrieved intensity and phase corresponding to the three last images of Figure 4, where the original image of Mark Twain had been excluded and the image at $\Delta f = -8.56 \text{ mm}$ was used as the central image.

The lower part of the figure shows the intensity and phase obtained by back propagation to the plane at $\Delta f = 0 \text{ mm}$. The recovered phase for the series of images from

phase map are shown in the right part. The value of

| Description | Intensity | Phase |
|--|-----------|-------|
| Input image and phase at $\Delta f = -8.56$ nm. Same as those in row 3, column 1 and 2, of figure 3. $N = 1000$ $SSE = 7.98 \times 10^{-5}$ | | |
| Recovered image and phase at $\Delta f = -8.56$ nm. Same as those in row 3, column 3 and 4, of figure 3. | | |
| Image and phase at $\Delta f = 0$ nm, obtained by back propagation of the recovered image and phase. | | |
| Input image and phase at $\Delta f = 0$ nm. Same as those in row 1, column 1 and 2, of figure 3. | | |

Figure 5: Recovered – back propagated intensity and phase, by using the Allen – Oxley iterative algorithm implemented in the present work, after reference [5]. Some pictures in figure 4 have been repeated for easier comparison.

| Input Images | Recovered Intensity, Recovered Phase and Annotations | |
|--------------|--|--|
| | $\Delta f = -1000$ nm | |
| | $N = 1000, SSE = 7.07 \times 10^{-4}$ $\Delta f = 0$ nm | |
| | | |
| | $\Delta f = +1000$ nm | |

Figure 6: Recovered intensity image and phase map, by using the Allen – Oxley iterative algorithm, starting from the retrieved versions of the images from the figure 3 of the reference [1], in PDF version. The retrieved images have a size of 75.68 nm by 75.68 nm (256 pixels by 256 pixels) and correspond to a specimen of silicon nanodots deposited onto an oxidized Si(100) surface.

The left part of Figure 6 shows retrieved versions of the images from the Figure 4 of the reference [1], in PDF version. The images have a size of 75.68 nm by 75.68 nm (256 pixels by 256 pixels) and correspond to a specimen of silicon nanodots deposited onto an oxidized Si(100) surface. A microscope operating at 300 kV was used by the authors of the reference [1] and the defocus values are $\Delta f = -1000$ nm, $\Delta f = 0$ nm and $\Delta f = 1000$ nm. The recovered intensity image and

the SSE after $N = 1000$ iterations is shown for each case.

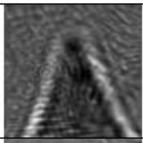
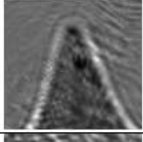
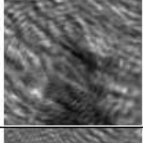
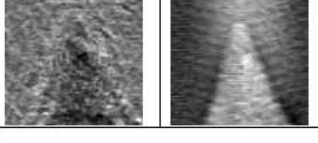
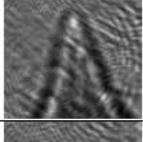
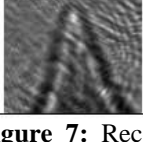
| Input Images | Recovered Intensity Image, Recovered Phase Map and Annotations |
|--|---|
|  | $\Delta f = -53.8 \text{ m}$ |
|  | $\Delta f = -26.9 \text{ m}$ |
| | $N = 1000, \text{ SSE} = 7.72 \times 10^{-2}$ $\Delta f = 0 \text{ nm}$ |
|  |  |
|  | $\Delta f = 26.9 \text{ m}$ |
|  | $\Delta f = 53.8 \text{ m}$ |

Figure 7: Recovered intensity image and phase map, by using the Allen – Oxley iterative algorithm implemented in the present work, starting from the retrieved versions of the images from the figure 3 of the reference [2], in PDF version. Phase retrieval from a through focal series of X-ray images of a silicon tip from an AFM. The X-rays had an energy of 1.83 keV ($1 = 6.77 \text{ \AA}$). Each image, originally 70 x 70 pixels, representing a linear size of 1.69 mm.

The left part of Figure 7 shows retrieved versions of the images from the Figure 4 of the reference [2], in PDF version. The images have a size of 1.69 mm by 1.69 mm (100 pixels by 100 pixels) and correspond of X-ray images of a silicon tip from an AFM. The X-rays had an energy of 1.83 keV ($1 = 6.77 \text{ \AA}$). Each image, originally 70 x 70 pixels, representing a linear size of 1.69 mm and the defocus values are $\Delta f = -53.8 \text{ m}$, $\Delta f = -26.9 \text{ m}$, $\Delta f = 0 \text{ m}$, $\Delta f = 26.9 \text{ m}$ and $\Delta f = 53.8 \text{ m}$. The recovered intensity image and phase map are shown in the right part. The value of the SSE after $N = 1000$ iterations is shown for each case.

The results shown in the first two columns of the Figure 3 as well as in the Figs. 4 and 5 are evidence that the implemented free space propagator is working properly. Also the results of phase retrieval shown in the Figs. 5, 6 and 7 are evidence that the present

iterative method is working properly. This can be appreciated specially in the case of the Figure 4, in accordance with what has been stated in reference [5] about that the iterative method is robust in presence of first order vortices. The results of phase retrieval shown in Figure 3 have some differences with the results shown in the last column of the Figure 4 in the reference [2]. In first place, a strong wrapping of the phase is observed and in second place, the results in presence of vortices are not as good as the results presented in reference [2]. Also artifacts due the presence of first order vortices can be appreciated in the phase maps shown in the last column of Figure 3. As stated in the reference [2] the phase unwrapping in presence of vortices is not straightforward. It has to be pointed out that, when using images of 193x193 pixels, no differences with the results described in reference [2] are observed.

4. Conclusions

We have implemented and applicated the Allen – Oxley iterative method of phase retrieval with good results in all the tested cases. We have illustrated phase retrieval on defocused images for the specific example of nanodot assemblies and the phase retrieval from a through focal series of X-ray images of a silicon tip from an AFM. The step next is to apply the Iterative Method of Phase Retrieval to a imagine set of low resolution that it will be obtained in the transmission electron microscopy (TEM) of the IPEN.

5. References

- [1] Donnadiou P, Verdier M, Berthome G, Mur P. Imaging a Dense Nanodot Assembly by Phase Retrieval from TEM Images. *Ultramicroscopy*. 2004; 100:79-90.
- [2] Allen LJ, Oxley MP. Phase Retrieval from Series of Images Obtained by Defocus Variation. *Optics Communications*. 2001; 199:65-75.
- [3] Saxton WO. *Computer Techniques for Image Processing in Electron Microscopy*. New York:Academic Press, 1978.
- [4] Image Processing and Analysis in Java. ImageJ.[homepage de Internet]. Disponible en: <http://rsb.info.nih.gov/ij/>
- [5] Allen LJ, Faulkner HML, Nugent KA, Oxley MP, Paganin D. Phase Retrieval from Images in the Presence of First – Order Vortices. *Physical Review E*. 2001; 63:037602.

II. Ciencia de los Materiales

Solar water disinfection studies with supported TiO₂ and polymer-supported Ru(II) sensitizer in a compound parabolic collector

Juan Rodríguez^{1,2,*}, Clido Jorge², Patricia Zúñiga², Javier Palomino³, Pedro Zanabria³, José Solís^{1,2}, Walter Estrada²

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

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, P.O. Box 31-139, Lima, Perú

³ Centro de Capacitación para el Desarrollo, CECADE, Cusco

Abstract

Solar water disinfection was performed by using TiO₂ and Ru(II) complex as fixed catalysts implemented in a compound parabolic collector (CPC) photoreactor. Studies were performed in the laboratory as well as at a greenfield site. Under laboratory conditions, natural water contaminated with cultured bacteria was photocatalytically treated and the influence of the photolysis as well of both catalysts was studied. Experiments were performed with contaminated water flowing at 12 L/min, under these conditions, photocatalytic experiments performed with Ahlstrom catalyst showed it to be effective in degrading bacteria in water; the Ru-complex catalyst, however did not show clear evidence for disinfecting water and its efficiency was comparable to the photolysis. Under on-site experiments, bacteria contaminated water from the Yaurisque river at Cusco was treated. As a general trend, after photocatalytic treatment a reduction in the *E-coli* population present in water, was observed. Whenever disinfection was achieved in the experiments, no regrowth of bacteria was observed after 24 h. However, a reduction of the prototype efficiency was observed both in laboratory and on-site experiments. This was ascribed to aging of the photocatalyst as well as due to the deposition of particles onto its surface. In cases in which incomplete disinfection resulted, a low rate of *E-coli* growth was observed 24 h after terminating the experiment. However, pseudomonas seems to be resistant to the treatment.

1. Introduction

Water disinfection in isolated rural areas in Latin America is a difficult task since operational expenses must be necessarily low. For this reason, several alternative low-cost effective methods to remove bacteria to the widespread chlorination, have been considered for domestic drinking water in rural areas. The well-known advanced photochemical oxidation (APO) process, which is based on the production of highly oxidizing species, primarily the hydroxyl radical ($\cdot\text{OH}$) and in some cases singlet oxygen, by photochemical reactions has been shown to be effective in treating contaminated water and air [1]. Sunlight can be used to induce the photochemical reactions for the APO process. Hence, solar photocatalysis is becoming increasingly important due to its essential role in the potential solution of many of today's environmental and energy-source problems. The sensitized APO process can be broadly categorized as dye-sensitized and heterogeneous photocatalysis, and does not require the addition of consumable chemicals

and does not produce hazardous waste products.

The heterogeneous photocatalysis is based on the production of hydroxyl radicals when a catalytic semiconductor powder, e.g. TiO₂, is photoexcited with near UV radiation ($\lambda < 390$ nm) in presence of water. Illumination of TiO₂ with photons of energies greater than the band gap energy promotes electrons from the valence band to the conduction band, producing electron/hole pairs [2]. The energy level of the lowest occupied state in the valence band is enough to promote the generation of hydroxyl radicals. The hydroxyl radical is a powerful oxidizing agent and attacks organic pollutants present at or near the surface of the photocatalyst reaching, under optimum conditions, the complete mineralization of the contaminant. An important limitation of heterogeneous photocatalysis is, however, the need of UV-A light to initiate the catalysis. In a dye-sensitized APO process, visible light is absorbed by a sensitizing dye, which is excited to a higher energy state. The excited dye then transfers some of its excess energy

*Corresponding author: jrodriguez@ipen.gob.pe

to other molecules present in the water stream, producing a chemical reaction. When dissolved oxygen is present, it accepts energy from a sensitizer (e.g. ruthenium(II) complexes with polyazaheterocyclic ligands), the dissolved O_2 , is converted to singlet molecular oxygen, 1O_2 , which, like ($\cdot OH$) is also an effective oxidant [3]. If a photoreactor uses both processes, the dye-sensitized and the heterogeneous photocatalysis, their complementary effect offers substantial advantages for solar water disinfection. Therefore, solar photocatalytic water disinfection could be an alternative technology for water supply in rural areas due to its low cost, easy implementation and the possibility of using the visible and UV-A (310-400 nm) component of the solar radiation.

The SOLWATER reactor prototype was developed to detoxify and disinfect contaminated drinking water in rural areas. Titanium dioxide catalysis and Ru(II) polypyridyl complex will be used to produce hydroxyl radical and singlet oxygen, respectively. This prototype was developed within the framework of a research project supported by the European Commission [4]. Experiments under direct solar radiation were carried out using two SOLWATER reactors, one of these was placed at the Universidad Nacional de Ingenieria (UNI), Lima, and the other at Yaurisque, a rural area in Cuzco, Peru. This paper describes the results obtained on the catalyst efficiencies determined for bacteria disinfection in water. The direction of planned long term studies is also briefly discussed.

2. Experimental

2.1 The SOLWATER Photoreactor

The SOLWATER reactor is based on the idea of synergism of the photocatalysis and photosensitization processes, and operates in the UVA and visible range of sunlight, respectively [5]. Recently, Ahlstrom © non-woven paper was coated with TiO_2 [6] and successfully used in a solar photo reactor [7,8]. On the other hand, Ru(II) tris-chelate complex has been prepared as singlet oxygen photosensitizer and immobilized on porous silicone; it was successfully used to disinfect water [9,10]. The supported photosensitizer was designed and provided by G. Orellana, Universidad Complutense, Madrid, Spain [11]. The reactor consists of a borosilicate

glass tube of 1.8 mm thick and 50 mm outer diameter containing a supported TiO_2 catalyst supported on a cellulose fiber (NW1047 from Ahlstrom ©) or supported photosensitizer, $[Ru(4, 7\text{-diphenyl-1, 10\text{-phenanthroline})}_3]Cl_2$ bound to strips of a porous polymeric substrate (see Fig. 1). The photocatalyst or the photosensitizer were placed onto an inner concentric tube (see inset in Fig. 1), leaving an annulus for water circulation. The tubes are placed on a compound parabolic collector (CPC) (AoSol, Portugal, under the license of Ecosystem Environmental Services, Spain). The SOLWATER photoreactor uses CPC technology because it efficiently collects the UV radiation present in the diffuse part of the solar radiation using non-imaging optics [12,13]. For optimal optical efficiency of the solar collector, this concentric configuration must be constructed to fulfill that the condition that the quotient between the inner diameter of the glass tube (D_i) and the external diameter of the polypropylene cylindrical bar (d_e) is equal to the refractive index of the fluid (n): $D_i/d_e = n$ [12]. In our case, the water ($n = 1.33$), the support was chosen to have a 32.8 mm diameter and the supported catalyst thickness of 2 mm, since the glass tube is 46.4 mm in inner diameter. The water was circulated using a centrifugal pump.

The photoreactor used at UNI (Fig. 1), has five borosilicate glass tubes of 1.5 m length in a configuration consisting of three independent systems each pumped with a 12 W electrical pump. Two of these systems are composed of two tubes, and the last is composed of one tube, having a treated volume of water 12 and 10 L, respectively. The systems composed of two tubes were used to test each of the catalysts (supported TiO_2 catalyst provided by the Ahlstrom, or Ru complex deposited onto a silicone strip), and the other one with only one tube was used to analyze the photolysis. The recirculation rate was 12 L/min.

The SOLWATER photoreactor for on site experiments has four borosilicate glass tubes of 1 m length connected in series. The reactor was located at 13 deg latitude S, 72 deg longitude W. The tilt angle of the receptor surface was fixed at 13 deg facing north. In this case, considering its application in rural areas, the water was recirculated using a centrifugal pump Swiftech MPC 650 12 VDC, powered by a battery connected to a photovoltaic solar panel (ATERSA model A38, 38W). The CPC was covered with a

plane glass in order to avoid dust deposition on the reflectors and glass tubes. The collector surface was 1 m², and the first two tubes containing a supported Ru complex and the last two containing the Ahlstrom NW1047 TiO₂ catalyst. The vessel was filled with 14 L of water and the recirculation rate was 12 L/min. At the top of the vessel is placed a cotton filter to ensure the aeration and avoid contamination by dust particles.

The global solar radiation and UV-A component (310-400 nm) was measured with a home made calibrated radiometer and a UDT system coupled to a 268UVA detector, respectively.



Figure 1: a) Scheme of the laboratory reactor. The inset shows a cross section of the irradiation systems.

2.2 Description of water sources

Two different experiments were carried out. Natural water obtained from a well at Carabayllo, Lima was used for UNI experiments. In order to test the efficiency of the solar disinfection, the natural water was artificially contaminated with *Escherichia coli* bacteria ATCC 25922 to 10⁵ colony forming units per milliliter (CFU/ml).

For the field test the reactor was located in the Training Center for Development (CECADE) in Yaurisque, Cusco. CECADE is a non government organization currently working in the dissemination of environmentally friendly technologies to the surrounding rural communities. Yaurisque is situated 3300 m above sea level. A study of the mean annual solar radiation at Cusco concludes that each year it receives approximately 5.2 kWh/m²-day – a level which should ensure the applicability of our solar based disinfection technology. The water was taken from Yaurisque River; its

physicochemical characteristics are shown in Table 1.

Table 1: Physical chemical characteristics of the Yaurisque River water.

| Physical chemical characteristics | Value |
|---|-------|
| pH | 7.8 |
| Total hardness, CaCO ₃ mg/L | 540 |
| Total alkalinity mg/L | 150 |
| Total acidity CO ₂ mg/L | 2.2 |
| Chloride Cl ⁻ mg/L | 30 |
| Sulfate SO ₄ ⁻ mg/L | 210 |
| Turbidity NTU | 3.0 |
| Conductivity S/cm | 620 |

2.3 Bacteria counting technique

The evaluation of bacteria in water during the experiment was performed using the Oxfam-DelAgua Portable Water Testing Kit. The kit is designed to provide information about the bacteriological quality of water supplies in rural areas where laboratory facilities do not exist. The analysis of water samples for total coliform bacteria is carried out by passing a measured quantity of water through a sterile filter. Any bacteria present in the water are caught in the filter. The filter is then placed onto a paper pad soaked in a liquid growth medium (Luria Broth) which feeds coliform bacteria, but inhibits the growth of any other bacteria caught in the filter. The system after incubation at 37 °C for 18 h will give the possibility of counting *E-coli* and *pseudomonas*. DelAgua equipment also has provisions to measure the turbidity, temperature, hardness and alkalinity of water.

3. Results

3.1 UNI experiments

The long term stability of the catalyst (TiO₂ paper and Ru stripes) using bacteria contaminated water was investigated in repeated batch experiments. A batch experiment consists of a 4 h solar irradiation at around noon time. The photolysis present in the experiments was also evaluated. The initial *E-coli* concentration was around 10⁵ CFU/ml, and a 30 min recirculation in the dark was implemented at the beginning of every experiment. The accumulated *E-coli* population as a function of the accumulated energy for the two catalysts was tested and the photolysis was plotted in Fig. 2. The accumulated energy, Q_{UV} , incident on the reactor is used because it allows easier comparison with other photocatalytic experiments [14]. The bactericidal efficiency

of the supported TiO_2 catalyst (Ahlstrom NW1047) is higher. The bactericidal efficiencies of the supported Ru (II) complex and of the photolysis are similar. This fact apparently contradicts the reported one in [10] in which a positive influence of the Ru (II) complex was observed for the water disinfection: A possible explanation is that the higher flow rate used, 12 L/min compared to 2 L/min in [10], influence the degradation rate. Manjon *et al* [15] demonstrated that one of the main factors that determine the performance of the photosensitizing single oxygen production is the fluid rheology that is related to the water flow rate.

The results of repetitive batch experiments performed with the supported TiO_2 catalyst (Ahlstrom NW1047) are shown in Fig. 3. The bactericidal efficiency of the catalyst decreased as a function of the batch number.

Further, water disinfection is achieved up to sixth batch with the supported TiO_2 catalyst, whereas for the supported Ru (II) complex (Fig. 2) only for the first batch. To understand this behavior, elemental analysis and sample morphology was studied by neutron activation analysis and optical microscopy, for the same sample after different batches. Table 2 shows the weight percentage of TiO_2 obtained before use, and after the 7th and the 18th batch obtained by neutron activation analysis. Clearly, the Ti percentage decreases proportionally to the batch number. This result seems to indicate that the catalyst NW1047 is loosing TiO_2

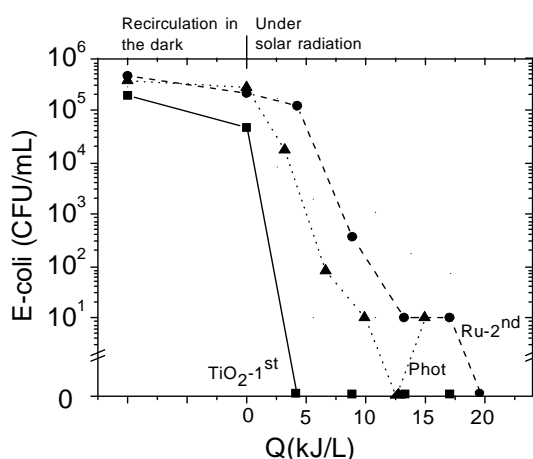


Figure 2: *E-coli* concentration as a function of UV-A integrated energy received by the photocatalytic reactor CPC type (fig. 1). Results for TiO_2 first and ninth use, Ru complex first and seventh use and photolysis are presented.

preferentially from its surface instead of loosing TiO_2 -Binder-cellulose in equal proportion: Up to now the reason is unclear however, solar radiation could age the non-woven paper (NW1047) or the water flow could erode the paper coating.

Table 2: Weight percentage of TiO_2 obtained by neutron activation analysis for the Ahlstrom NW1047 catalyst before use and after different batches.

| Stage of catalyst use | Weight % of TiO_2 |
|------------------------|----------------------------|
| Before use | 13.4 |
| 7 th batch | 12.2 |
| 18 th batch | 8.1 |

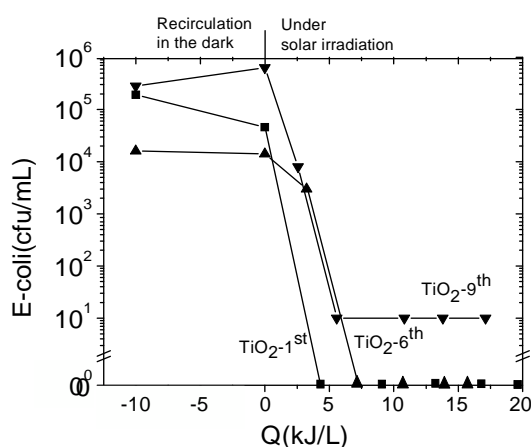


Figure 3: *E-coli* concentration as a function of integrated UV-A received energy by the photocatalytic reactor CPC type (Fig. 1).

The optical micrographs of the supported TiO_2 catalyst before use, and after the 7th and 18th batches are shown in Figure 4. The non-woven paper coated with TiO_2 is produced by interlocking networks of fibers resulting in a porous sheet structure. The paper has two regions, the main network and the interstitial space between the fibers. The micrographs on right side are from the fibers in the network; the micrographs on the left are of the interstitial part between the networks. Poor mechanical stability of the supported TiO_2 catalyst after the 20th batch was noted.

Fig. 5 shows the micrographs of the Ru stripe before use, and after the 4th batch. The Ru stripes, also show some degradation.

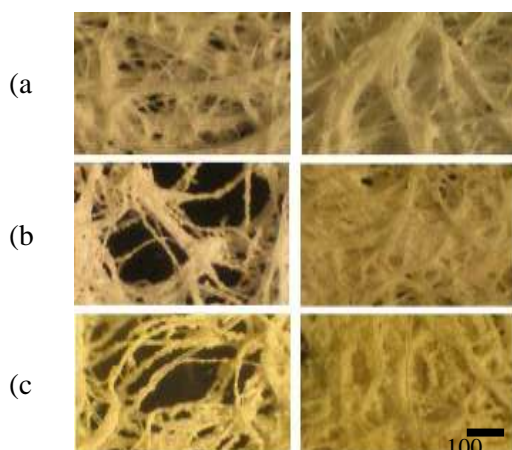


Figure 4: Micrographs of the Ahlstrom NW1047 catalyst: (a) before use, (b) after the 7th batch, and (c) after the 18th batch. Pictures on the right side show a close-ups of the fibers composing the catalyst. Pictures on the left are close-ups of the interstitial part between the fibers that form the catalysts.

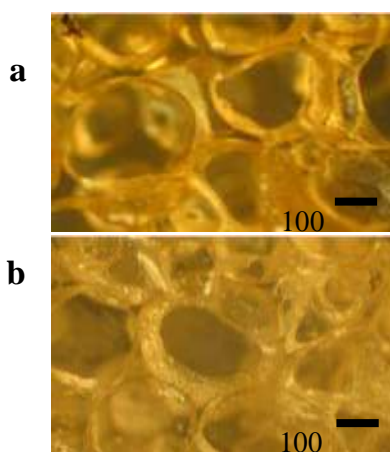


Figure 5: Micrographs of the photosensitizer strip, Ru complex: (a) before use and (b) after the 4th batch.

3.2 On site experiments

Runs of one day duration, in the following termed “Experiment” were routinely performed with the SOLWATER prototype during 14 sunny and partially cloudy days. Measured solar global radiation on these days, integrated to 2.5 and 5 h. are presented in Fig 6. Values could be normalized with the measured ones under laboratory conditions at sea level (see 3.1) by taking into account that the percentage of the UV-A of the solar global radiation is about 5%. This results in an estimate of 25 kJ/L of UV-A average radiation impinging on the CPC reactor per liter unit. In order to standardize these results

with the ones obtained in Lima (see 3.1), it is necessary to note that the UV-A radiation is expected to increase at a rate of 10% per thousand meter increase in altitude. Thus, calculating from Lima, situated at sea level to Yaurisque, Cusco (3400 meters above sea level) an increment of about 30% is to be expected in the UV-A radiation) [16].

From comparison between the accumulated energies, we point out that the first seven days were partially cloudy whereas the following days were clear.

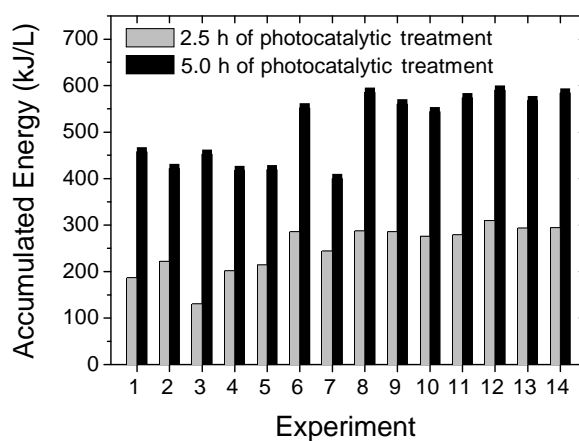


Figure 6: Integrated energy calculated from the measured solar global radiation in Yaurisque. The term “Experiment” in the plot refers to a run of one day duration.

Every day, water for the tests was taken manually from the Yaurisque river, and the photo reactor was not cleaned between runs. Then beginning at around noon solar radiation of ca. 5 h duration, was commenced recirculating the water in the dark for 30 min. The course of the bacterial count with solar irradiation was observed for several experiments (see Figs. 7, and 8). The inactivation of *Escherichia coli* resulting from solar irradiation in the SOLWATER prototype for several “Experiments” is shown in Fig. 7.

Complete water disinfection was obtained by the fifth run. As the efficiency was decreasing, some *E-coli* colonies remained in the water after the treatment from the sixth run. A similar result was noted in laboratory experiments. (Fig. 2). Bacteria counting was also performed 24 h after the experiment in a sample that was kept in dark and room temperature. The results indicate that the growth of bacteria is affected by the photocatalytic treatment showing a residual post-irradiation effect. This is in agreement

with [17]. In fact, when complete disinfection is achieved using photocatalysis, no bacteria count is observed 24 h after finishing the experiment. As a control, the sample was kept in the dark and measured at the end of the experiment.

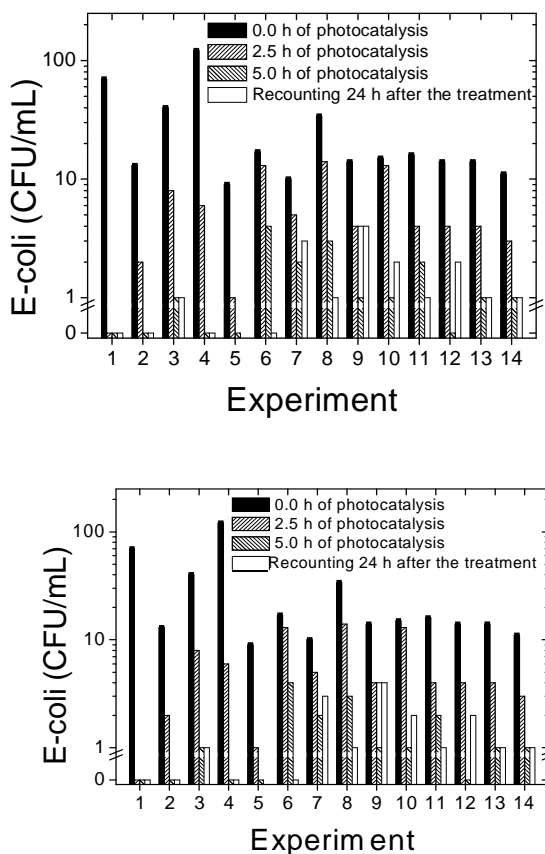


Figure 7: *E-coli* concentration degradation with the photocatalytic reactor. One-day run is expressed as Experiment in the plot. Experiments were performed using water from the Yaurisque river contaminated with bacteria.

The *E-coli* bacteria in water had been degraded by using the SOLWATER prototype and solar radiation. However, during the water treatment, two different kind of *pseudomone* growths were noted (see Figs. 8 and 9). This kind of bacteria seems to be resistant to the photocatalytic treatment and their behavior was erratic. For the case of the *Aeruginose pseudomone* in some tests effective disinfection was achieved (Fig. 8), however in a few tests the *Spp pseudomone* is detected only after the treatment. This suggests that the effect is related to reactor contamination, however further tests are needed to study the behavior of the *pseudomones*. *Pseudomones* are not however considered to be dangerous to humans. Additionally, elemental analysis

of the water carried out by neutron activation analysis: before, during and after the water treatment, are shown in Table 3.

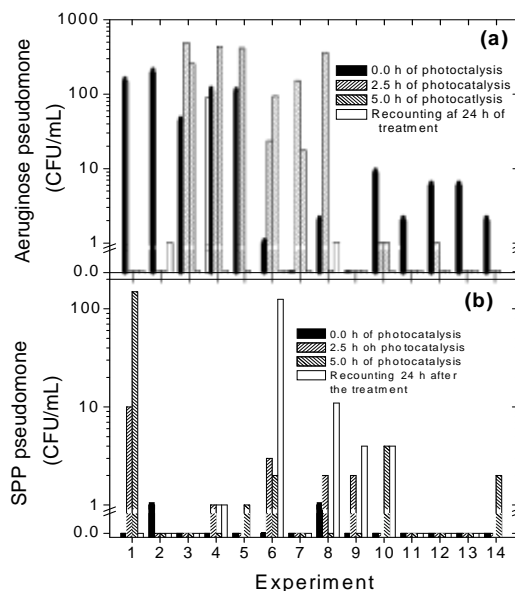


Figure 8: Aeruginose (a) and SPP (b) pseudomone concentration in a long term catalyst use for bacteria degradation. One-day run is expressed as Experiment in the plot. Experiments were performed using water from the Yaurisque river contaminated with bacteria.

As a general trend, the elemental concentration of Ba, Ca, Co, Cd, present in water, decreases as the photocatalytic experiment progresses, whereas Na, Cl and Sr fluctuate. The cause of this effect may be that the TiO_2 , which has a conduction band at -0.3V at $\text{pH}=0$ and 25°C [18-20], could photocatalytically reduce Co with a reduction potential of -0.28V at $\text{pH}=0$ and 25°C . Another possibility is Cd, even with its -0.4V redox potential, (only slightly higher than the energetic position of the conduction band of the TiO_2) has also been reported to be photocatalytically reduced [21]. However in the case of Ba, and Mg, well known strong reduction agents, surface absorption seems to be responsible for the decrement in the water concentration, because an analysis performed by neutron activation analysis of the catalyst after several uses (Table 4), shows an increasing concentration of Al, Ba, Mg, Mn, Sr and V per unit area. This may be the reason for the slow change of the catalyst color to brownish. The fact that the Ti concentration decreases after the first 10 batches and then remains constant while the concentration per unit area of these metals

increases, suggests to us that there is trace adsorption onto the catalyst surface, shadowing and eventually decreasing its efficiency.

Table 3: Trace elements present in Yaurisque River water during a photocatalytic experiment performed on 25 July 2004, using a new Alstrom paper catalyst. Analysis was carried out by neutron activation analysis and atomic absorption spectroscopy (*).

| 1. Sample/ 2. Anal ys used | Ti | Na | Al | Ba | Mg | Mn | Sr | V |
|----------------------------|--------------------|------------------|-----------|-------------|--------------|-------------|--------------|-------------|
| new | 8260 0± 1800 | 1890 ± 150 | - | - | - | - | - | - |
| 10 | 7920 0± | 653 ± | - | 325. 0 ± | - | 112. 0± | - | 66.0 ± |
| d.u | 1200 | 82 | - | 7.1 | - | 7.1 | - | 2.8 |
| 20 | 6989 0± | 780 ± | 3100 ± | 323 ± 20 | - | 144.5 ± | 302. ± 35 | 96.5 ± |
| d.u | 510 | 220 | 1100 | | | 2.1 | | 3.5 |
| 34 | 3580 0± | 566. 5 ± | 2840 ± | 327 ± 30 | 1514 ± 28 | 149. 4.2 | 475. 2.1 | 115. 6.4 |
| d.u | 4400 | 3.5 | 820 | | | 4.2 | 2.1 | 6.4 |
| 45 | 547 ± | 860 ± | 6690 ± | 323 ± 13 | 2920 ± | 170. 5± | 547 ± 25 | 151. 5± |
| d.u | 25 | 140 | 390 | | 530 | 6.4 | | 6.4 |

Table 4: Elemental content of the NW1047 after different batches. Experiment performed in Yaurisque using the final SOLWATER prototype. Units are in mg/kg.

| Element | Unit | Ower Detec . Limit. | Water sample at the 9:00 h | Water Sample at 12:30 h | Water Sample at 16:00 h |
|---------|-------|---------------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Al | µg /L | < 50 | ND | ND | ND |
| Ag | µg /L | < 5 | ND | ND | ND |
| As | µg/L | < 2 | ND | ND | ND |
| Ba | µg/L | | 93 ± 3 ; | 44.4 ± 7.2 | 38.4 ± 0.44 |
| Ca | mg/L | | 156.4 ± 6.30 | 144.7 ± 6.3 | 140.6 ± 2.3 |
| *Cd | µg/L | | 0.035 ± 0.003 | 0.015 ± 0.003 | 0.014 ± 0.002 |
| Cl | mg/L | | 64.1 ± 1.6 | 60.51 ± 0.82 | 62.5 ± 3.3 |
| Co | µg/L | | 0.88 ± 0.26 | 0.72 ± 0.10 | 0.65 ± 0.17 |
| Mg | mg/L | | 6.9 ± 1.5 | 7.55 ± 0.79 | 6.2 ± 2.1 |
| Mn | µg/L | < 10 | ND | ND | ND |
| Mo | µg /L | < 10 | ND | ND | ND |
| Na | mg/L | | 51.7 ± 0.86 | 49.55 ± 0.28 | 51.9 ± 3.9 |
| *Pb | µg/L | < 0.05 | ND | ND | ND |
| Sb | µg /L | < 5 | ND | ND | ND |
| Se | µg/L | < 10 | ND | ND | ND |
| Sr | mg/L | | 1.66 | 1.37 ± 0.63 | 1.50 ± 0.22 |
| V | µg/L | < 5 | ND | ND | ND |

4. Conclusions

A CPC solar photoreactor has been demonstrated to be efficient for bactericidal disinfection by solar photocatalysis with supported TiO₂ and Ru (II) complex, working in series, during treatment periods of 4-5 hours. Bactericidal deactivation by sunlight in a CPC solar collector occurs whether or not the catalyst is present. The total photocatalytic deactivation of pure *E. coli* suspensions is a consequence of the combined effect of sunlight and the oxidant species generated in the supported TiO₂. However, while sunlight alone deactivates *E. coli* suspensions, it does not completely deactivate them, since regrowth of bacteria was detected. The situation is improved when the catalyst was used. The irradiated area in the CPC collector plays a key role in the bacteria inactivation by solar irradiation.

Under our experimental conditions, the disinfection rate is dependent on the catalyst used, being least efficient with increased usage than with a fresh catalyst. Results showed supported TiO₂ to be more efficient than Ru (II) complex. On site tests of the SOLWATER reactor confirmed its capacity to remove bacterial contamination from water. The efficiency was very good for six batches, and limitation of the bacteria growth was observed after the photocatalytic treatment. However, *pseudomonas* resisted the treatment.

5. Acknowledgments

This work was supported by the SOLWATER project ICA4-CT-2002-10001, AOSO Project AE 141/2001 and the International Science Programme of Uppsala University, Sweden. We are grateful to the Chemistry Department of the Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) for providing the Neutron Activation and Atomic Absorption Analysis.

6. References

- [1] US/EPA. Handbook of Advanced Photochemical Oxidation Processes, EPA/625/R-98/004; 1998.
- [2] Serpone N, Pellizzetti E. Photocatalysis: Fundamentals and Applications. New York: Wiley; 1989.
- [3] Helz GR, Zepp RG, Crosby DG. Editors. Aquatic and surface photochemistry. Boca Raton: Lewis Publishers; 1994.

- [4] European Commission. Project Cost effective solar photocatalytic technology to water decontamination and disinfection in rural areas of developing countries. Contract No. ICA4-CT-2002-10001
- [5] Navntoft C, Araujo P, *et al.* Field tests of the solar water detoxification SOLWATER reactor in Los Pereyra, Tucuman, Argentina. *J. Sol. Energy Eng. Transactions of the ASME.* 2007; 129: 127-134.
- [6] European Patent, EP1069950B1 granted; 1999.
- [7] Guillard C, Disdier J, *et al.* Solar efficiency of a new deposited titania photocatalyst: chlorophenol, pesticide and dye removal applications. *Applied Catalysis B: Environmental.* 2003; 46:319-332.
- [8] Gumy D, Rincon AG, *et al.* Solar photocatalysis for detoxification and disinfection of water: Different types of suspended and fixed TiO₂ catalysis study. *Solar Energy.* 2006; 80:1376-1381.
- [9] Jiménez-Hernández ME, *et al.* Solar water disinfection by singlet oxygen photogenerated with polymer-supported Ru(II) sensitizers. *Solar Energy.* 2006; 80:1382-1387.
- [10] Villén L, Manjón F, *et al.* Solar water disinfection by photocatalytic singlet oxygen production in heterogeneous medium. *Applied Catalysis B: Environmental.* 2006; 69:1-9.
- [11] Garcia-Fresnadillo D, Georgiadou Y, *et al.* Singlet-Oxygen (¹Δ_g) production by Ruthenium (II) complexes containing polyazaheterocyclic ligands in methanol and in water. *Helv. Chim. Acta.* 1996; 79:1222-38.
- [12] Malato Rodriguez S, Blanco Galvez J, *et al.* Engineering of solar photocatalytic collectors. *Sol. Energy.* 2004; 77:513-524.
- [13] Fernandez P, Blanco J, Sichel C, Malato S. Water disinfection by solar photocatalysis using compound parabolic collectors. *Catalysis Today.* 2005; 101:345-352.
- [14] Malato S, Blanco J, Richter C, Maldonado MI. Optimization of pre-industrial solar photocatalytic mineralization of commercial pesticides: Application to pesticide container recycling. *Appl. Catal. B: Environ.* 2000; 25:31-38.
- [15] Manjon F, Villen L, Garcia-Fresnadillo D, Orellana G. On the factors influencing the performance of solar reactors for water disinfection with photosensitized singlet oxygen. *Env. Sci. Technol.* 2008; 42: 301-307.
- [16] World Health Organization. Global Solar UV Index: A Practical Guide; 2002. p. 1-28.
- [17] Rincón AG, Pulgarin C. Comparative evaluation of Fe³⁺ and TiO₂ photoassisted processes in solar photocatalytic disinfection of water. *Appl. Catal. B: Environ.* 2006; 63:222–231.
- [18] Fujishima A, Hashimoto K, Watanabe T. TiO₂ photocatalysis, fundamentals and applications. Bkc, Inc. Koyo printing Co., Ltd., Japan, 1999.
- [19] Sakata T, Kawai T. Photosynthesis with semiconductor powder, Chapter 10 in *Energy Resources through photochemistry and Catalysis.* ed. Michael Grätzel, Academic Press Inc., USA; 1983.
- [20] Blake DM, P.C. Maness PC, *et al.* Application of the photocatalytic chemistry of titanium dioxide to disinfection and the killing of cancer cells, *Separ. Purif. Meth.*, 28 (1999) 1-50.
- [21] Rajeshwar K, Chentamarakshan CR, Ming Y, Sun W. Cathodic photoprocesses on titania films and in aqueous suspensions. *J. Electroanal. Chem.* 2002; 538-539: 173-182.

Síntesis y caracterización de microfibras de TiO₂/PVA y Acetato de Zinc/PVA fabricados por la técnica de electrogirado

Ricardo Egoavil, Alcides López, Juan Rodríguez*

Instituto Peruano de Energía nuclear, Av. Canadá 1470, Lima, Perú

Resumen

El propósito de este trabajo es estudiar las condiciones de síntesis para la obtención de materiales en forma de fibras, compuestos de semiconductores en una matriz polimérica y fabricados por la técnica de "Electrogirado". Se contemplan los efectos de las variables principales del proceso (*potencial eléctrico aplicado, distancia de trabajo y diámetro de la aguja*) son de gran importancia para la estabilidad, uniformidad y dimensiones de las fibras. Las propiedades fisicoquímicas de estos materiales serán analizadas y correlacionadas con las propiedades microporosas del material para su potencial uso en la filtración de fluidos y fotocatalisis.

Abstract

The purpose of this work is study the synthesis conditions for obtaining materials in the form of fibers, composed of semiconductor in a polymer matrix and produced by the "Electrogirado" technique. It considers the effects of the main variables of the process (electrical potential applied, working distance and diameter of the needle) are of great importance for the stability, consistency and size of fibers. The physical and chemical properties of these materials will be analyzed and correlated with the properties microporous material for potential use in filtration of fluids and photocatalysis.

1. Introducción

Las propiedades únicas y fascinantes de los materiales nanoestructurados, provocan una gran motivación entre los científicos para explorar las posibilidades de su uso en aplicaciones industriales.

La técnica de electrogirado es una técnica de procesamiento de polímeros que permite la fácil creación de nano o micro fibras que son recolectadas para formar estructuras no tejidas, las cuales pueden ser utilizadas para fabricar muchas estructuras con diferentes aplicaciones, incluyendo vendajes, ropa y medios de filtración, fotocatalisis, optoelectrónica, etc. [1].

En el proceso de electrogirado, un potencial eléctrico de decenas de kilovoltios es aplicado en una gotita de polímero suspendida en la punta de una aguja de jeringa. Las cargas se van acumulando sobre esta gotita, hasta que la fuerza eléctrica logre vencer la tensión superficial de la solución, la gotita se alarga y forma un cono de Taylor. La solución eyectada desde la punta del cono de Taylor viaja a través del aire hasta un blanco y se acumula como esteras de fibras no tejidas. El cambio en el diámetro de la fibra proporciona la oportunidad para poner a punto la porosidad de la membrana, que

también depende del espesor de la membrana. [1].

En la filtración de fluidos sometidos a presiones hidráulicas se requieren que los poros en la estructura no tejida (espacios vacíos) sean altamente interconectados como las membranas que se obtienen con el uso de esta técnica. Para filtración líquida, los poros de membranas poliméricas hechas por métodos convencionales tienen limitaciones, como por ejemplo, bajo flujo y alto desgaste, debido a la estructura geométrica de poros y la correspondiente distribución del tamaño del poro. Las membranas de nanofibras producidas por electrogirado pueden vencer estas limitaciones. [1,4].

En la fotocatalisis con dióxido de titanio TiO₂ ($E_g = 3.2$ eV) en forma de polvo ultrafino, con tamaño de partícula promedio entre 50 y 100 nm y predominio de la fase anatasa, las reacciones de oxidación-reducción se desarrollan en la superficie, las cuales generan radicales libres muy reactivos, los mismos que reaccionarán con las especies a su alrededor, rompiendo algunos enlaces moleculares y reduciendo u oxidándolas hasta convertirlas en especies menos complejas. Esta reducción en la complejidad molecular generalmente se

*Correspondencia autor: jrodriguez@ipen.gob.pe

traduce en una reducción del grado de contaminación o peligrosidad de la especie que se esté tratando. Las membranas de partículas de TiO_2 en una matriz polimérica y fabricadas por la técnica de electrogirado muestran un mejoramiento significativo en fotocatalisis debido a su gran área superficial por unidad de volumen y tamaños de poros pequeños [6,7].

El procesamiento de polímeros por radiación gamma y/o neutrónica permite producir nuevos materiales con mejores propiedades que los obtenidos por los métodos químicos. La radiación puede producir un acortamiento de la cadena, promover la polimerización, formar copolimerizaciones o generar entrecruzamiento entre las diferentes cadenas. [8].

En este trabajo, reportamos, la síntesis de microfibras de Dióxido de Titanio y Acetato de Zinc sobre una matriz polimérica de alcohol polivinílico PVA fabricados por la técnica de electrogirado. Los compositos TiO_2/PVA y Acetato de Zinc/PVA fueron fabricadas satisfactoriamente por el proceso sol-gel. Se analiza el diámetro de las fibras dependiendo del potencial eléctrico, la distancia entre electrodos y las dimensiones de la aguja hipodérmica.

La caracterización morfológica fue complementada usando la técnica de microscopía electrónica de transmisión (STEM 400 Philips, del Instituto Peruano de Energía nuclear).

2. Parte Experimental

2.1. Materiales

El alcohol polivinílico PVA proviene de Aldrich ($M = 50.0 \text{ g/mol}$, grado de hidrólisis 89%).

El dióxido de titanio $\text{TiO}_2\text{-P25}$ proviene de Degussa (mezcla anatasa/rutilo de 4:1, área superficial $50 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ y diámetro entre 30-90nm).

El Acetato de Zinc $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ($M = 219.5 \text{ g/mol}$ y $d = 1.84 \text{ g/cm}^3$, grado reactivo).

2.2. Preparación de compositos polímero-semiconductor[3]

Las pruebas experimentales se realizaron para obtener compositos de TiO_2/PVA , Acetato de Zinc/PVA, en las cuales el alcohol polivinílico PVA es la matriz

polimérica donde colocaremos nuestras partículas semiconductoras.

• *Composito TiO_2/PVA*

1° Disolvemos gradualmente 10 g de PVA en 100 ml de agua destilada, colocados en un baño maría a $50 \text{ }^\circ\text{C}$ bajo agitación magnética (300 rpm) durante 6 h, así obtenemos una matriz de PVA homogénea al 10%.

2° Se disolvió 150 mg de TiO_2 en 50 ml de agua destilada bajo agitación magnética (300 rpm) durante 4 h y luego se colocó en un baño de ultrasonido (Branson, modelo 1510E-DTH) por 30 min para obtener una buena dispersión.

3° Agregamos gradualmente la solución con TiO_2 en la matriz de PVA bajo agitación magnética a $60 \text{ }^\circ\text{C}$ (4 h, 300 rpm), hasta obtener un gel viscoso de TiO_2/PVA con una suspensión homogénea de partículas de TiO_2 a 1000 ppm como se observa el Figura 1.



Figura 1: Composito de TiO_2/PVA .

• *Composito Acetato de Zinc/PVA*

1° De manera análoga al caso anterior, preparamos soluciones de PVA al 15%.

2° Para la preparación del composito de PVA/Acetato de Zinc, se usó el proceso sol-gel. En este proceso, 10 g de $\text{Zn}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ fue disuelto en 20 g de H_2O con agitación magnética durante 30 min. Luego añadimos esta solución de acetato de zinc en la solución de PVA al 15%, las cuales se mantienen bajo agitación magnética durante 4 h, obteniendo un gel viscoso de Acetato de Zinc/PVA.

2.3. Obtención de fibras polímero-semiconductor por la técnica de electrogirado[1,2,5]

En las Figuras 2 y 3 se muestra el diagrama esquemático y la fotografía del sistema

diseñado y construido para la obtención de fibras poliméricas por electrogirado.

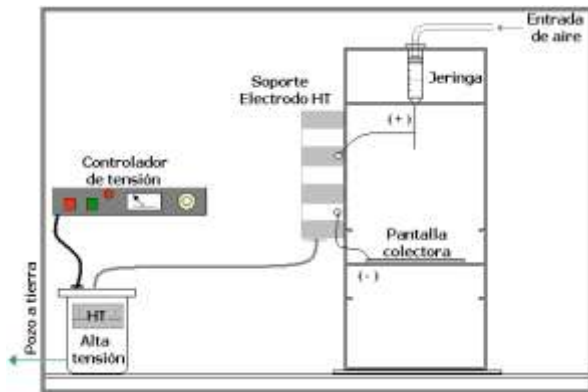


Figura 2: Diagrama experimental.



Figura 3: Sistema para electrogirado.

- Fibras de TiO_2/PVA y Acetato de Zinc/PVA

Se agregó de forma independiente 8 ml del compuesto de TiO_2/PVA y 5 ml del compuesto de Acetato de Zinc/PVA en jeringas de 10 ml, con aguja hipodérmica. La aguja hipodérmica fue conectada al terminal positivo del generador de alta tensión y el terminal negativo fue conectado al colector de las fibras (colector cilíndrico de 5 cm de diámetro y con 900 rpm de velocidad de rotación) cuyo eje central se encuentra a una distancia 20 cm opuesta a la aguja y como se muestra en la Figura 4.

Las mediciones de temperatura T y humedad relativa HR , se realizaron con un termohigrómetro básico de pared (OAKON 20–100%HR, -10–50°C) y el control de la presión P (inyección de aire) en la jeringa se realizó con un barómetro regulador de aire fino (0–200PSI).

En la Figura 5a se puede observar la formación del cono de Taylor debido al incremento del potencial eléctrico. Los iones de la matriz polimérica se concentran en la

punta del cono hasta que la fuerza electrostática logra vencer la tensión superficial de la solución y un chorro eléctricamente cargado es eyectado desde la punta de la aguja hasta el colector [1].



Figura 4: Sistema para electrogirado con colector cilíndrico.

Las Figs. 5b, 5c muestran la red de fibras que fueron recolectadas sobre una lámina de vinifan adheridas al cilindro de aluminio.

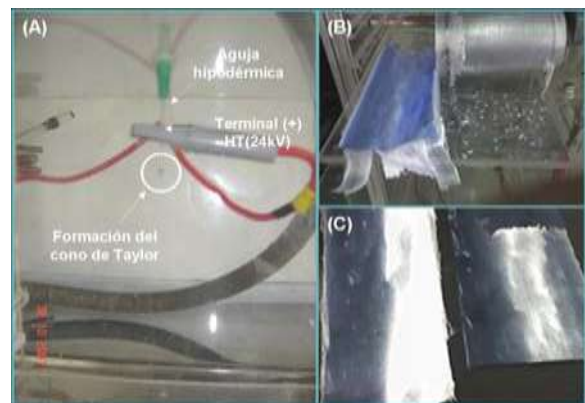


Figura 5: Recolección de fibras.

3. Resultados y Discusión

Las fibras del compuesto TiO_2/PVA no presentan alineamiento, y son de diferentes diámetros.

Los efectos del potencial eléctrico aplicado en el electrogirado de estas soluciones son prácticamente de estabilidad y uniformidad. A 16 kV el compuesto TiO_2/PVA es desfavorablemente electrogirado, y no produce fibras. Este campo eléctrico no es suficiente para vencer la tensión superficial de la solución polimérica y por tanto

predominan la formación de gotas que son recolectadas para formar estructuras no definidas, básicamente láminas del polímero. Para potenciales de 20kV, 24kV y 28kV el composito TiO_2/PVA es satisfactoriamente electrogirado y forman arreglos de fibras, con predominio diametral en el orden de 230nm, 200nm y 150nm respectivamente para cada potencial (Figura 6).

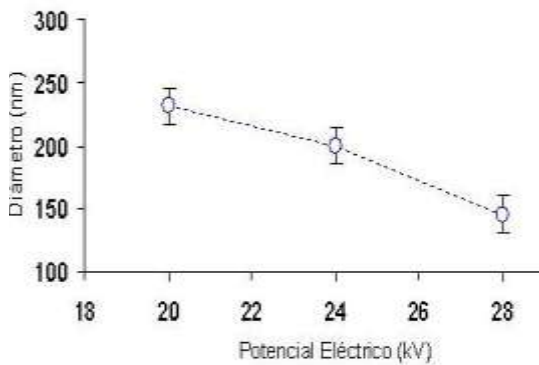


Figura 6: Dependencia del diámetro de las fibras sobre el potencial eléctrico aplicado.

En las imágenes TEM de la Figura 7a se muestra las fibras de Acetato de Zinc/PVA aplicando un potencial de 24kV y usando agujas hipodérmicas de 0.53 mm y 1.1 mm de diámetro.

Estas fibras están ligeramente alineadas, y son prácticamente uniformes. Los diámetros de fibras individuales fueron diferentes, predominando las fibras con diámetros en el orden de 320 y 460 nm para las agujas de 0.53 mm y 1.1 mm respectivamente.

4. Conclusiones

En conclusión, el proceso de electrogirado o giro eléctrico es una técnica fácil y efectiva para producción de fibras de óxidos metálicos como el TiO_2 , entre otros. Nosotros hemos preparado fibras de TiO_2/PVA (1000 ppm, PVA al 10% para varios potenciales aplicados, obteniendo una relación inversa entre el diámetro de la fibra y el potencial eléctrico, correlacionado satisfactoriamente con [2].

Las fibras de Acetato de Zinc/PVA (PVA al 15% tienen una relación directa con el diámetro de la aguja hipodérmica colocada en la jeringa.



Figura 7a: Imágenes TEM de fibras de Acetato de Zinc /PVA. ($T=25^{\circ}C$, $P=20$ psi., $HR=57\%$).

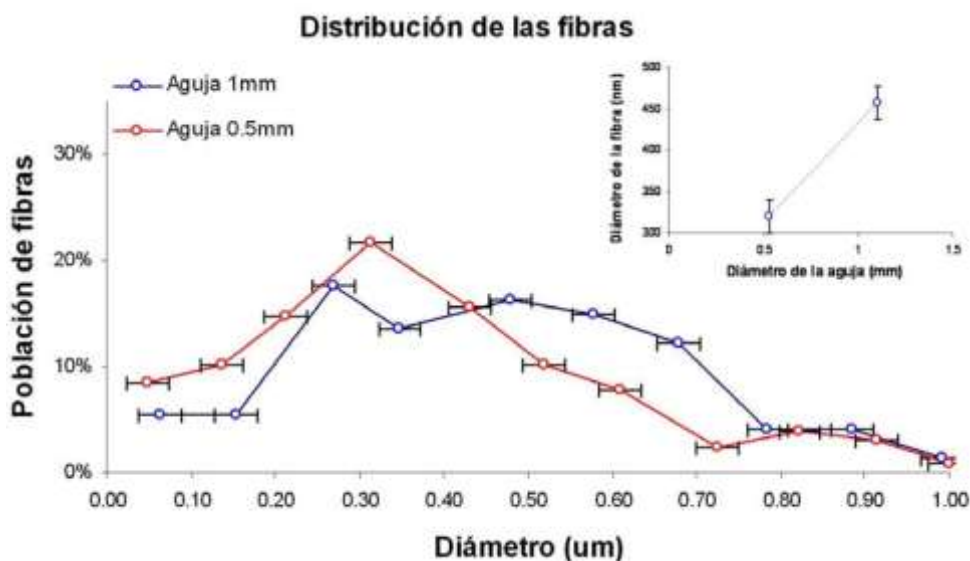


Figura7b: Dependencia del diámetro de las fibras sobre el diámetro de la aguja hipodérmica.

5. Referencias

- [1] Zheng-Ming Huang, Zhang YZ, Kotaki M, Ramakrishna S. A review on polymer nanofibers by Electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*. 2003; 63: 2223-2253
- [2] Li Dan, Xia Younan. Fabrication of Titania Nanofibers by Electrospinning. *Nanoletters*. 2003; 3: 555-560.
- [3] Brinker CJ, Scherer GW. The physics and chemistry of sol-gel processing. *Sol-Gel Science*. New York : Academic Press; 1990. Chap. 1.
- [4] Kyunghwan Y, Kwangsok K, Xuefen W, Dufei F, Benjamín S.Hsiao, Benjamín Chu. High flux ultrafiltration membranes based on electrospun nanofibrous PAN scaffolds and chitosan coating. *Polymer*. 2006; 47:2434-2441.
- [5] Madhugiri Sudha, Sun Bo, Smiriotis PG, Ferraris JP, Balkus Jr. KJ. Electrospun mesoporous titaniumdioxide fibers. *Microporous and Mesoporous Materials*. 2004; 69(1-2): 77-83.
- [6] Candal Roberto, Rodríguez Juan, Colón Gerardo, Gelover Silvia, Vigil Elena, Jiménez Antonio, Blesa Miguel A. Materiales para fotocatalisis y electrofotocatalisis. Eliminación de Contaminantes por Fotocatalisis Heterogénea. Madrid: Editorial Ciemat; 2004 Cap7, 189-210.
- [7] Candal Roberto, Bilmes Sara, Blesa Miguel A. Semiconductores con Actividad Fotocatalítica. Eliminación de Contaminantes por Fotocatalisis Heterogénea. Madrid: Editorial Ciemat; 2004 Cap4, p. 97-122.
- [8] Chapiro A. Polymer irradiation: past, present and future. *Radiation Phys. Chem*. 2002; 63(3-6): 207-209.

Estudio de la morfología de la película delgada de óxido de zinc obtenida por spray-gel. Reporte Preliminar

Robert Paria¹, José Solís^{1,2,*}

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

² Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru 210, Rímac, Lima, Perú.

Resumen

Se obtuvo una solución precursora del ZnO por el método sol-gel, después del envejecimiento de la misma se pulverizó este precursor sobre un sustrato para producir un recubrimiento delgado de ZnO; esta técnica se conoce como spray-gel. Se analizó la morfología de las películas delgadas con el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).

Abstract

We produced a precursor solution of ZnO by the sol-gel method, then it was sprayed onto a substrate to produce a ZnO thin film, this technique is known as spray-gel. The morphology of those films was examined with a scanning electron microscope (SEM).

1. Introducción

El ZnO tiene gran interés en ciencia de los materiales debido a que tiene propiedades interesantes. Las múltiples aplicaciones del ZnO hace que sea un material tecnológicamente importante; por ejemplo es usado como material fosforescente, en varistores, en dispositivos de ondas acústicas superficiales, en sensores de gas, como conductor transparente, como absorbente del UV en cremas bronceadoras y recientemente como una alternativa al TiO₂ en las celdas solares sensibilizadas con colorante [1-5].

La medición y el control de los gases que emanan o se utilizan en muchas actividades industriales y domésticas son muy importantes para el control ambiental. Esto puede realizarse con un sensor de gas debido a que su conductancia varía si la composición del medio que rodea al sensor cambia. Estos sensores son fáciles de usar, de tamaño reducido, de bajo costo, y tienen compatibilidad microelectrónica. La conductividad del óxido de zinc (ZnO) que es un semiconductor tipo n es controlada por los defectos superficiales. Los estados electrónicos localizados en la superficie del óxido pueden ser causados por defectos intrínsecos o por la adsorción de átomos o moléculas del entorno, tales como el oxígeno quimiadsorbido que tiene un rol importante en la detección de gases.

Una variedad de técnicas han sido usadas para la fabricación de películas delgadas de ZnO, tales como "sputtering" [6], rociado pirolítico [7], ablación laser [8], y sol-gel [9]. Las propiedades del ZnO dependen mucho del método y los parámetros de fabricación.

Recientemente se ha combinado las técnicas de rociado pirolítico y sol-gel, dando como resultado una técnica conocida como spray-gel que logra obtener películas delgadas muy porosas [10]. Los materiales porosos son candidatos ideales para ser usados en la construcción de los sensores de gas.

En este trabajo se obtuvieron recubrimientos delgados de ZnO por el método de spray-gel, y se estudiaron el efecto del envejecimiento de la solución precursora y los parámetros de fabricación en la morfología del recubrimiento delgado.

2. Parte Experimental

Para la obtención de la solución precursora del ZnO se usó el procedimiento que se reporta en la Ref. [11]. La solución precursora se produjo agregando 50 ml de 0.04M de NaOH (EKA) a 450 ml de 0.004M de Zn(CH₃OO)₂ · 2H₂O (Fermont), en ambas soluciones se usó como solvente el isopropanol (Fisher Scientific). Para tener una solución uniforme, esta se agitó constantemente con un agitador magnético (SPIN MASTER) y la solución final se colocó en un baño María por 50 min a T=80°C. La solución obtenida se procedió a pulverizarla usando el equipo de rociado pirolítico sobre un sustrato a diferentes temperaturas y a la misma presión y flujo de aire. Luego las muestras se sometieron a un tratamiento térmico por una hora a 450°C usando un horno NEYTECH 185P.

* Correspondencia autor: jsolis@ipen.gob.pe

Tabla 1: Condiciones a las cuales fueron obtenidos los recubrimientos delgados de ZnO.

| Muestra | Presión (PSI) | Temperatura (°C) | Volumen (ml) |
|---------|---------------|------------------|--------------|
| M1 | 40 | 120 | 30 |
| M2 | 40 | 130 | 29 |
| M3 | 40 | 140 | 30 |
| M4 | 40 | 150 | 31 |
| M5 | 40 | 160 | 30 |
| M6 | 40 | 170 | 30 |
| M7 | 40 | 180 | 30 |
| M8 | 40 | 190 | 30 |
| M9 | 40 | 200 | 30 |

3. Resultados y Discusiones

Con el espectrómetro Biochrom modelo Libra S22 se midió la absorbancia del precursor en el primer, tercer y el décimo día, después de haberse preparado la muestra.

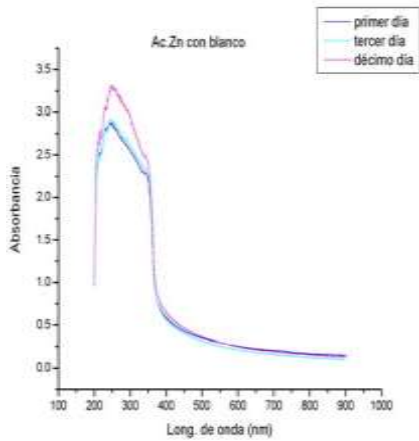


Figura 1: Absorbancia del precursor al primer, tercer y décimo día.

El estudio de la morfología de los recubrimientos delgados de ZnO se hizo con un microscopio electrónico de barrido (MEB).

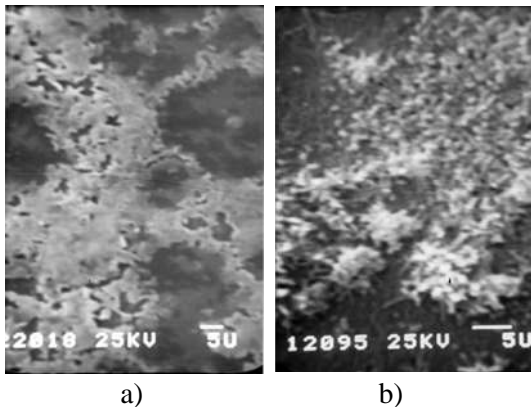


Figura 2: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 120 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).

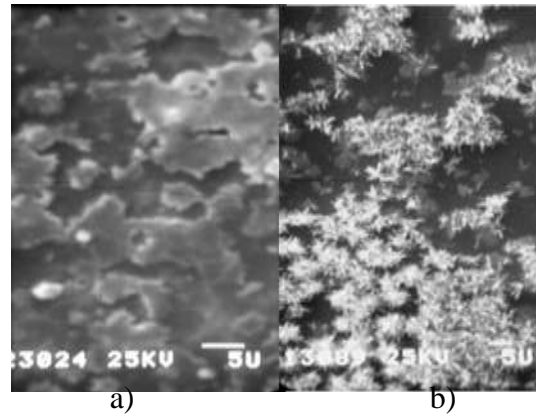


Figura 3: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 130 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).

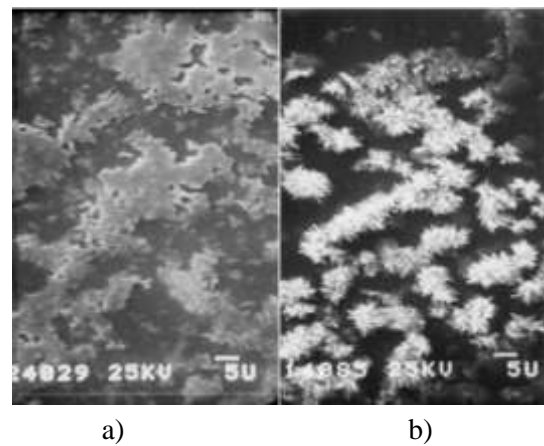


Figura 4: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 140 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).

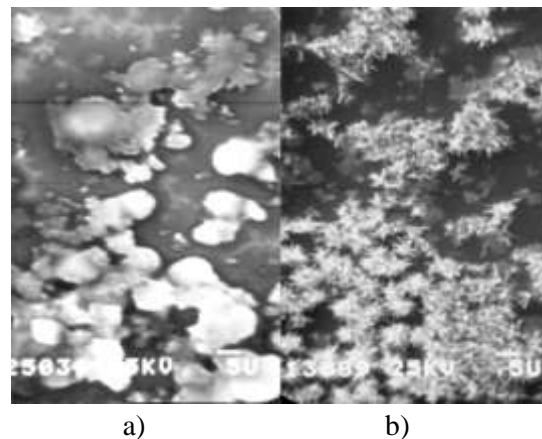
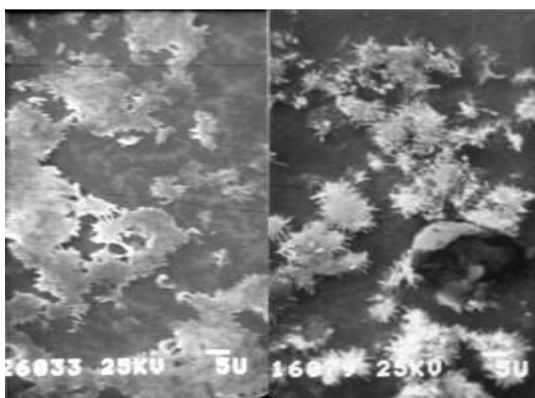
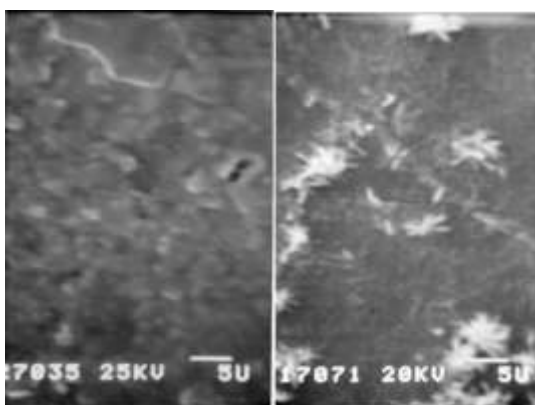


Figura 5: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 150 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).



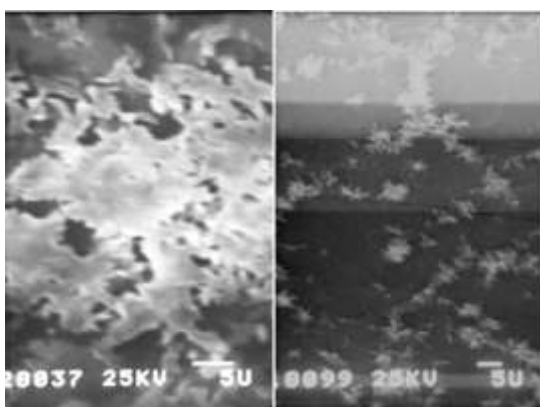
a) b)

Figura 6: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 160 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).



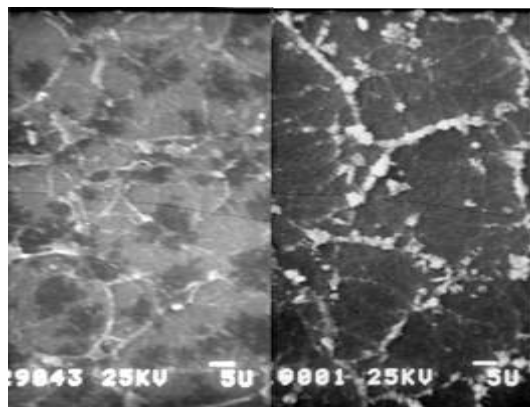
a) b)

Figura 7: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 170 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).



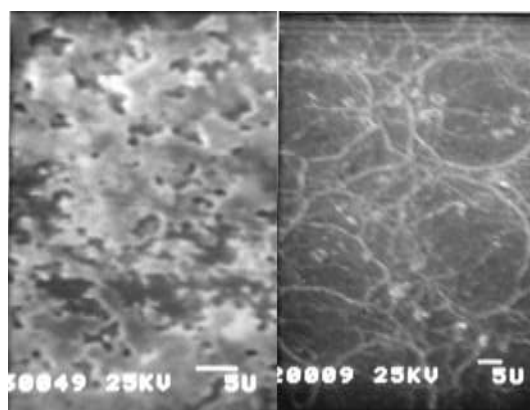
a) b)

Figura 8: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 180 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).



a) b)

Figura 9: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 190 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).



a) b)

Figura 10: Micrografías MEB del recubrimiento delgado de ZnO obtenido a 200 °C a) y luego de un tratamiento térmico a 450 °C b).

De los gráficos de absorbancia versus longitud de onda, se observa que el precursor absorbe más con el transcurrir del tiempo y esto es porque se está formando el gel.

La solución precursora usada es la solución envejecida hasta el décimo día y las muestras se fabricaron a las mismas condiciones de presión, flujo, concentración del precursor, sólo se modificó la temperatura del sustrato. En las figuras 2.a, 3.a, 4.a, 5.a y 6.a se observan que las películas delgadas presentan zonas donde existe aglomerados compactos y lisos; en las figuras 2.b, 3.b, 4.b, 5.b y 6.b se observa que los aglomerados se cristalizan formando hilos y son menos homogéneo que las películas delgadas sin tratamiento térmico y esto nos demuestra que los cristales están creciendo, y por otro lado también se observa que a medida que se aumenta la temperatura también aumenta zonas des pobladas.

Las muestras obtenidas a mayor temperatura, se observa que cuando la temperatura de fabricación es mayor se comienza a ver la formación de poros (ver Fig. 9 y 10). En la figura 10.b se observan poros de aproximadamente 20 μm de diámetro, y en los bordes se observa aglomerados alargados y superpuestos.

Por otro lado se observa que las películas delgadas tienen mayor adherencia cuando se hace el tratamiento térmico.

El proceso de pulverización es un factor crítico en la fabricación del recubrimiento delgado porque las gotas más finas deben llegar al sustrato, y la reacción y evaporación del solvente está relacionada con el tamaño de la gota y de su momentum. La temperatura del sustrato es otro factor crítico en la deposición de películas delgadas por spray-gel, porque esto afecta el proceso sobre el sustrato tal como: secado de la gota, descomposición o fusión, la cristalización y el crecimiento del grano.

Existe un modelo llamado “gota de café” que explica muy bien este fenómeno. La gota de café después de que se haya evaporado el agua, forma un aglomerado circular y dependiendo de la temperatura del sustrato; este modelo se puede aplicar para explicar la formación del recubrimiento delgado

4. Conclusiones

Es posible producir recubrimientos delgados de óxido de zinc con una morfología porosa, y el diámetro de estos poros está en el orden de micrómetros.

De los resultados de la medida de absorbancia, se concluye que se debe dejar mayor tiempo de envejecimiento del precursor, para obtener un precursor más gelatinoso.

Spray-gel, es una técnica versátil para la producción de películas delgadas porosas, además se pueden producir materiales variados en su composición, medida y morfología con tan solo variando la pulverización, evaporación, proceso de sinterización, etc.

5. Agradecimientos

Al Lic. Clemente Luyo de la Facultad de Ciencias de la UNI por las imágenes de microscopía electrónica de barrido de los recubrimientos delgados.

6. Bibliografía

- [1] Ambia MG, Islam MN, Obaidul, Hakim M. Influence of Al, In, Cu, Fe and Sn dopants on the response of thin film ZnO gas sensor to ethanol vapour. *J. Mater. Sci.* 1992; 27: 5169.
- [2] Roth AP, Williams DF. Properties of zinc oxide films prepared by the oxidation of diethyl zinc. *J. Appl. Phys.* 1981; 52: 6685.
- [3] Major S, Kumar S, Bhatnagar M, Chopra KL. Effect of hydrogen plasma treatment on transparent conducting oxides. *Appl. Phys. Lett.* 1986; 49: 394.
- [4] Jin ZC, Hamberg I, Granqvist CG. Optical properties of sputter-deposited ZnO: Al thin films. *J. Appl. Phys.* 1988; 64: 5117.
- [5] Boyle DS, Govender K, O'Brien P. Novel wet-chemical routes to nano- and microstructured semiconductor layers for improved efficiency photovoltaic devices. *Thin Solid Films.* 2003; 483: 431-432.
- [6] Sernelius BE, Berggren KF, Jin ZC, Hamberg I, Granqvist CG. Band-gap tailoring of ZnO by means of heavy Al doping. *Phys. Rev. B* 37 (1988) 10244.
- [7] S. A. Studenikin, N. Golego, and M. Cocivera, Fabrication of green and orange photoluminescent, undoped ZnO films using spray pyrolysis, *J. Appl. Phys.* 1998; 84: 2287.
- [8] Wu XL, Siu GG, Fu CL, Ong HC. Photoluminescence and cathodoluminescence studies of stoichiometric and oxygen-deficient ZnO films. *Appl. Phys. Lett.* 2001; 78: 2285.
- [9] Fujihara S, Suzuki A, Kimura T. Ga-doping effects on electrical and luminescent properties of ZnO:(La,Eu)O red phosphor thin films. *J. Appl. Phys.* 2003; 94: 2411.
- [10] Damian MA, Rodriguez Y, Solis JL, Estrada W. Characterization and Gas Sensing Properties of Mixed Tungsten Oxide and Copper Tungstate Films Obtained by Spray-Sol-Gel. *Thin Solid Films.* 2003; 444: 104.
- [11] Van Dijken A, Meulenkamp EA, Vanmaekelbergh D, Meijerink A. Influence of Adsorbed Oxygen on the Emission Properties of Nanocrystalline ZnO Particles. *J. Phys. Chem. B.* 2000; 104: 4355.

Caracterización entre la densidad de maderas amazónicas peruanas mediante la atenuación de la radiación gamma y neutrónica

Javier Gago^{1,3,*}, Marco Munive¹, Alcides López^{2,3}, Moisés Acevedo⁴, Boris Villa⁴,
Juan Rodríguez^{2,3}

¹ Div. de Investigación y Desarrollo, Inst. Peruano de Energía Nuclear, Lima 41, Perú

² Div. De Energía y Desarrollo, Inst. Peruano de Energía Nuclear, Lima 41, Perú

³ Facultad de Ciencias, Univ. Nac. De Ingeniería, Av. Tupac Amaru 210 Rimac, Lima 25, Perú

⁴ Facultad de Ciencias Forestales, Univ. Nac. Agraria La Molina, Lima 12, Perú

Resumen

Se presenta los resultados de la caracterización de la densidad de muestras de madera, mediante el estudio de los coeficientes de atenuación tanto de la radiación gamma, usando una fuente de cobalto 60 de 75 mCi de actividad, como de neutrones usando una de las facilidades del reactor RP-10 operando a 320 kW de potencia y un flujo neutrónico de $5,6 \cdot 10^6$ ($n \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$). Los resultados de la medición de los coeficientes de atenuación muestran que la densidad se encuentra influenciada por la humedad y el tipo de madera principalmente. Las mediciones muestran valores satisfactorios al compararse con los valores de referencia y los experimentales. La densidad influye considerablemente con los factores relacionados con la calidad de la madera. Este trabajo siendo parte de proyectos mayores, busca desarrollar sistemas autónomos y portátiles de tecnología nuclear que puedan identificar el tipo de madera, sus propiedades y características para un control adecuado en la explotación y el comercio.

Abstract

This investigation show the work developed in the characterization of the density of woods by means of the study of the Attenuation Coefficients of the gamma radiation, using a source of cobalt 60 of 75 mCi of activity and neutrons using the Reactor RP10 as source of neutrons working at 320 kW and using a flow of $5,6 \cdot 10^6$ ($n \text{ s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$), the results of the measurement of the Attenuation Coefficients show that the density is influenced by the humidity and the type of wood mainly, so for, the measurements of the density are in agreement with referential and experimental values. As the density has strong influence with important related factors with wood quality, this work being part of big projects that seek to develop autonomous and portables systems of nuclear technology that can identify the type of wood, properties and characteristics for an adequate control in the exploitation and trade.

1. Introducción

La importancia actual de la innovación tecnológica es que sirve para mejorar la productividad, el manejo y la industria forestal, incrementando los beneficios del bosque. Ello exige experimentar con nuevas metodologías que permitan determinar, entre otras, la densidad de la madera *in situ*, siendo esta información de mucha utilidad para el conocimiento y manejo óptimo para su aprovechamiento.

Como se sabe, los coeficientes de atenuación tanto de la radiación gamma como de neutrones, en diversas especies de maderas varían significativamente, dependiendo de la humedad, tipo de madera y otros detalles, como las impurezas, defectos, cavidades, etc. La información de la densidad dependiente de la energía, permite un reconocimiento de

la madera tanto en forma extensa como localizada [1,2].

El objetivo del presente estudio es determinar la relación de los coeficientes de atenuación de la radiación lineal μ promedio con las densidades de las especies amazónicas: Catahua Amarilla (*Hura Crepitans L.*), Mohena (*Aniba Amazonica Meiz*), Ojé Blanco (*Ficus insípida*) y Capirona (*Calycophy Spruceanum Be*) aplicando técnicas nucleares.

2. Descripción de los ensayos

Para la puesta en operación de los equipos densitométricos con radiaciones gamma y neutrones aplicados a maderas, se han desarrollado dos técnicas que comprenden la densitometría gamma y la neutrografía.

* Correspondencia autor: jgago@ipen.gob.pe

2.1 Densitometría gamma

Cuando un haz de fotones colimado incide en un material, parte de la radiación es atenuada o absorbida, esta atenuación de la radiación esta relacionada con las propiedades físicas del material, especialmente por su densidad y su correspondiente coeficiente de atenuación. Esta propiedad se expresa mediante las ecuaciones (1) y (2):

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot L} \quad \dots\dots\dots (1)$$

De esta ecuación se obtiene:

$$\mu = \frac{\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)}{-L} \quad \dots\dots\dots (2)$$

Donde:

I: Intensidad de la radiación emergente del material (fotones/s).

I_0 : Intensidad de radiación incidente en el material (fotones/s).

μ : Coeficiente de Atenuación Lineal de la Radiación (cm^{-1}).

L: Espesor del material atravesado por el haz radioactivo (cm).

El coeficiente de atenuación lineal se expresa en función de la densidad y el coeficiente de atenuación másico de acuerdo a la ecuación (3):

$$\mu = \mu_p \cdot d \quad \dots\dots\dots (3)$$

Donde:

μ_p : Coeficiente de atenuación másico del material (cm^2/g)

d: Densidad del material (g/cm^3)

El coeficiente de atenuación másico depende de la energía de la radiación incidente y la naturaleza química del material absorbente [3].

De esta manera se conoce el coeficiente de atenuación másico y el espesor de material atenuador, se podría determinar su densidad mediante la ecuación (4):

$$d = \frac{-\ln\left(\frac{I}{I_0}\right)}{\mu_p \cdot L} \quad \dots\dots\dots (4)$$

2.2 El Densitómetro por rayos gamma

El densitómetro gamma está compuesto de una serie de dispositivos electrónicos cuya función es controlar la intensidad de

radiación incidente, así como medir la intensidad de la radiación emergente del material en estudio, para ello cuenta con un detector y una fuente radioactiva principalmente (Figura 1). En este caso, se observa que la dirección de los rayos gamma es paralela a la dirección de las fibras de la madera.

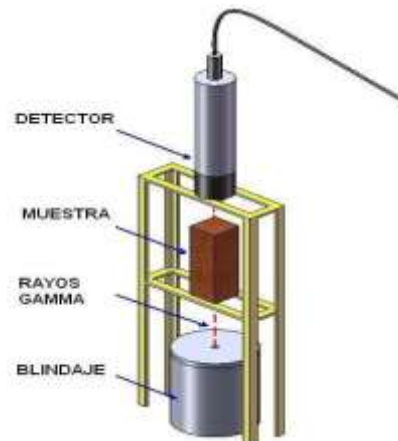


Figura 1: Representación esquemática de la instalación para el ensayo de densitometría gamma.

a) Fuente radioactiva

De la gama de radioisótopos comercialmente disponibles, para estudios de este tipo son útiles los siguientes: Cobalto-60, Cesio-137, Americio-241 e Iridio-129[4]. En la presente investigación se usó una fuente de cobalto 60 de 75 mCi de actividad.

b) Detector

El detector empleado fue el de Ioduro de Sodio, cuyo funcionamiento se basa en el fenómeno de centelleo, el cual emite fotones en el rango visible cuando el cristal es bombardeado por una partícula o fotón. El NaI tiene ciertas ventajas como su alta tasa de producción de luz (centelleos) por cada interacción, tiene además una excelente linealidad en su respuesta y un alto número atómico en sus constituyentes [3].

c) Registro de datos

Para la medida de la densidad se usó el dispositivo multicanal UniSpec marca Canberra, el cual luego de detectar una señal a una determinada energía, envía la señal física al software Genie 2000, logrando obtenerse en la pantalla el espectro de transmisión de la muestra en estudio.

2.3 Neutrografía

Es una técnica de *ensayo no destructivo* similar a la radiografía común de rayos X. En ésta técnica, en vez de emplear los rayos X o rayos gamma se emplea un haz de neutrones proveniente de una fuente de neutrones, en este caso de un reactor nuclear: Cuando los neutrones inciden sobre un objeto, este modifica el haz de acuerdo a las interacciones producidas por la estructura interna del objeto, el haz modificado, que lleva la información producida durante la interacción, se hace incidir sobre un dispositivo cerrado que contiene una placa fotográfica y una placa convertidora de Dy-Gd, el cual traduce punto a punto la señal correspondiente a la cantidad de neutrones transmitidos en fotones de luz, estos fotones impresionan la placa fotográfica unida a la placa convertidora en un chasis durante un tiempo previamente determinado, registrándose así la imagen latente del objeto irradiado (Figura 2).

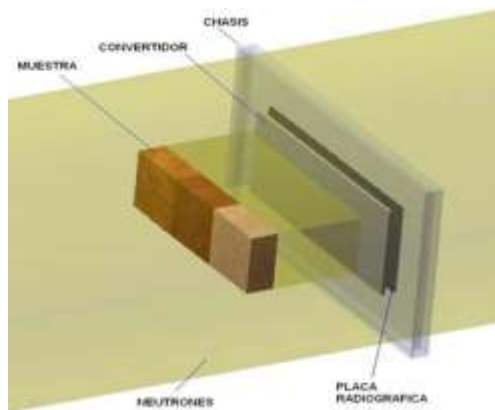


Figura 2: Esquema del dispositivo para los ensayos con neutrografía.

4. Desarrollo y resultados

Las maderas analizadas en este trabajo han sido la Capirona, la Mohena y la Catahua, preparadas en bloques con dimensiones de $5 \times 5 \times 15$ cm³, la longitud de 15 cm corresponde a la orientación paralela a las fibras de la madera. La densidad experimental de las maderas empleadas para la calibración del equipo se presenta en la Tabla 1.

4.1 Medición de la densidad de la madera por irradiación gamma

Se han obtenido los espectros de atenuación de rayos gamma de las maderas Capirona, Catahua y Mohena, tal como podemos apreciarlos en la figura 3a. Se observa la existencia de dos picos muy pronunciados, característicos del Cobalto 60 cuyas energías son 1.17 y 1.33 MeV, en las cercanías de estos picos las curvas se confunden entre sí, haciendo difícil distinguir el efecto de la atenuación de la medición. Una mejor información de la atenuación se puede observar entre 67.5 y 1023 keV (figura 3 b) donde nos permite apreciar que la curva correspondiente a la Capirona se encuentra en la parte inferior respecto a las curvas correspondientes a la Catahua y a la Mohena, esto nos indica que la Capirona ofrece una mayor atenuación seguida de la Catahua y la Mohena, información relacionada directamente con la densidad de cada una de ellas.

La información obtenida mediante los espectros de atenuación de rayos gamma se procesan para determinar su coeficiente de atenuación lineal mediante la ecuación (2). En este caso I e I_0 representan el número de cuentas de los fotones transmitidos e incidentes.

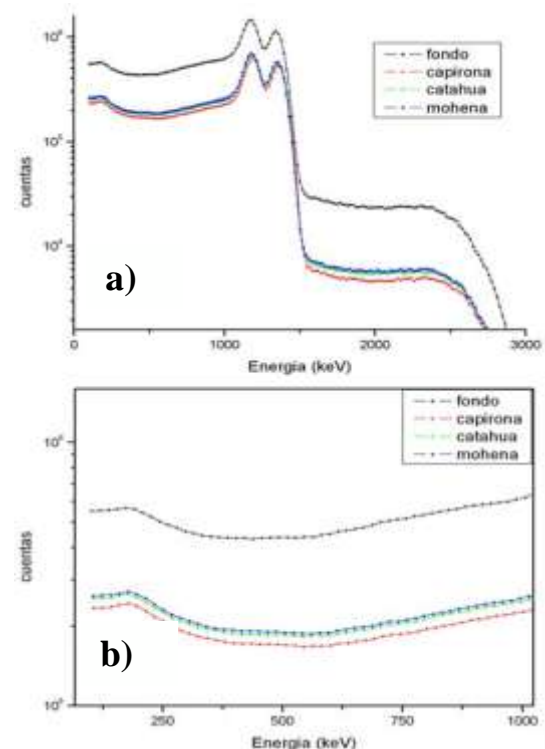


Figura 3: Espectros de atenuación de la Capirona, Catahua y Mohena, a) rango amplio y b) entre 67.5 y 1023 keV

En la figura 4 se muestran la variación de los coeficientes de atenuación lineal (cm^{-1}) medidos por transmisión de la radiación gamma para las maderas: Capirona, Catahua y Mohena, la línea de color rojo correspondiente a la Capirona está por encima de la línea verde (Catahua) y de la línea azul (Mohena).

Tabla 1: Densidades medidas experimentalmente de las maderas estudiadas.

| Muestra | Densidad (g/cc) |
|-----------------|-----------------|
| Catahua seca | 0.622 |
| Catahua húmeda | 0.648 |
| Mohena seca | 0.629 |
| Mohena húmeda | 0.664 |
| Capirona seca | 0.844 |
| Capirona húmeda | 0.920 |

Nota: El término “seco(a)” se refiere a la madera a condiciones ambientales 20°C y 1 atm.

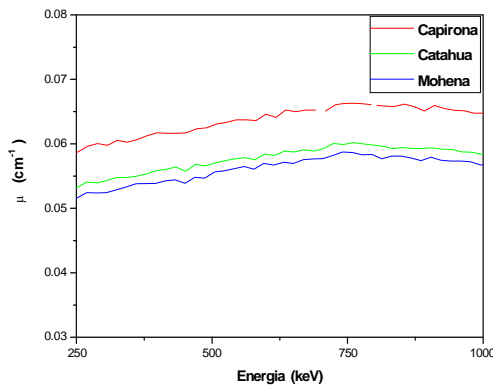


Figura 4: Coeficiente de atenuación lineal (cm^{-1}) medido por transmisión gamma, para la Capirona, Catahua y Mohena.

En la figura 5 se aprecian las diferentes coeficientes de atenuación máscicos calculados a partir de las pendientes de cada relación lineal entre la densidad y el coeficiente de atenuación lineal.

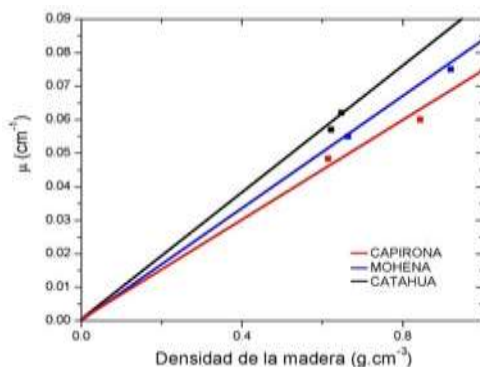


Figura 5: Variación del coeficiente de atenuación lineal con respecto a la densidad de las maderas medidas con radiación gamma.

Posteriormente, se realizó ensayos con madera húmeda debido a que los rayos gamma tienen mayor dispersión con los componentes hidrogenados. Los espectros obtenidos, son mostrados en la figura 6. El espectro de la madera húmeda muestra el incremento de la atenuación, tal como puede observarse en la figura 6 a), donde la absorción de la Capirona representado con la línea roja es menor a la de la Capirona húmeda (color azul). De la misma manera, en la figura 6 b), para la Catahua seca (color verde) se observa disminuida con respecto a la Catahua húmeda (color azul). Los procedimientos para humedecer la madera fueron realizados de acuerdo a la norma *ASTM D 570 – 95* [6, 7].

Los resultados experimentales de las mediciones de los coeficientes y la densidad de la madera por irradiación gamma se muestran en la tabla 2.

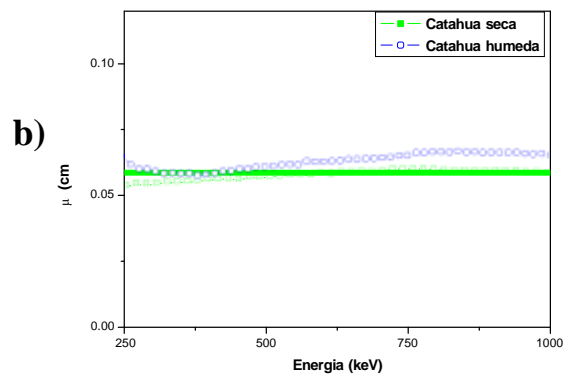
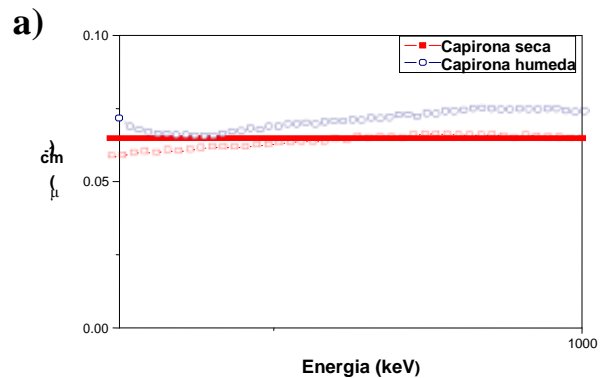


Figura 6: Espectros de transmisión comparando muestras secas y húmedas, a) en azul Capirona húmeda, rojo Capirona seca; b) en azul Catahua húmeda, en verde Catahua seca.

Como referencia en otros estudios, los valores del coeficiente de atenuación lineal obtenidos tuvieron una atenuación máscica de 0.18 y 0.20 para la madera seca y húmeda,

respectivamente, en la madera Pinus oocarpa[4]; asimismo, otros estudios señalan un valor de $0.187 \text{ cm}^2/\text{g}$ para la madera Pinus Radiata[5].

Tabla 2: Resultados experimentales obtenidos por irradiación gamma.

| Muestra | μ (cm^{-1}) | μ_p ($\text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) | Densidad Calculada ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$) |
|--------------------|-------------------------------|--|--|
| Catahua seca | 0.057 | 0.095 | 0.60 |
| Catahua húmeda | 0.062 | 0.095 | 0.653 |
| Mohena seca | 0.055 | 0.087 | 0.632 |
| Mohena húmeda | - | 0.087 | - |
| Capirona seca | 0.06 | 0.073 | 0.822 |
| Capirona húmeda | 0.072 | 0.073 | 0.986 |

4.2 Medición de la densidad de la madera por neutrografía

Complementariamente, se realizó ensayos neutrográficos de las maderas, teniendo como fuente de neutrones al reactor nuclear RP-10 operando a 320 kW de potencia y usando un flujo neutrónico de $5,6 \cdot 10^6 \text{ (n s}^{-1} \text{cm}^{-2}\text{)}$, el tiempo de exposición al flujo neutrónico fue de 20 minutos, obteniéndose con ello los registros neutrográficos de la Serie 1 (Capirona, Catahua y Mohena húmedas) y de la Serie 2 (Ojé Blanco, Cumala y Capirona secas). En ambas series se observa el cambio de grises de la Capirona, siendo la seca ligeramente menos absorbente que la húmeda. En la figura 7 se aprecian los diferentes coeficientes de atenuación másicos calculados a partir de las pendientes de cada relación lineal entre la densidad y el coeficiente de atenuación lineal, los valores medios de los coeficiente de atenuación de la radiación lineal neutrónica (cm^{-1}) se observan en la tabla 3.

A partir de los negativos neutrográficos se obtuvieron los correspondientes perfiles de intensidades a la región correspondiente a una recta MN, tal como se muestra en la figura 8 a, dichos perfiles se han asociado a las atenuaciones sufridas por los neutrones las mismas que se muestran en la figura 8 b.

En la Serie 1 se observa que la Capirona tiene mayor oposición al paso de los neutrones por tanto en el positivo de la placa neutrográfica y tomando en cuenta la escala de grises se observa más oscura que las otras maderas que tienen menor densidad.

Tabla 3: Coeficientes de absorción neutrónica y densidad de la Serie 1 y la Serie 2.

| Muestras | | μ Coef. Abs. Neut. (cm^{-1}) | μ_p Coef. Abs. Másico (cm^2/g) | Densid ad δ ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$) |
|---------------------------|---------------|---|--|---|
| Serie 1 Madera seca | Capirona | 0.049 | 0.054 | 0.907 |
| | Catahua | 0.052 | 0.08 | 0.650 |
| | Mohena | 0.054 | 0.082 | 0.658 |
| Serie 2 Madera seca | Ojé Blanco | 0.065 | - | - |
| | Cumala | 0.057 | - | - |
| | Capirona | 0.047 | 0.054 | 0.870 |

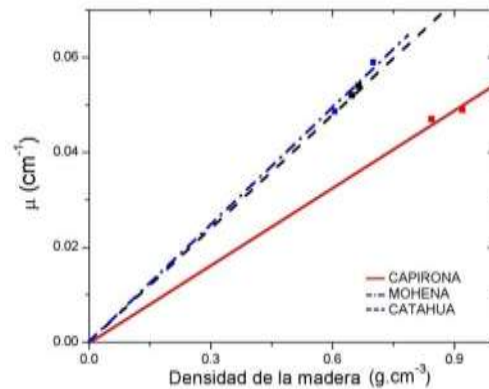


Figura 7: Variación del coeficiente de atenuación lineal con respecto a la densidad de las maderas medidas por neutrografía.

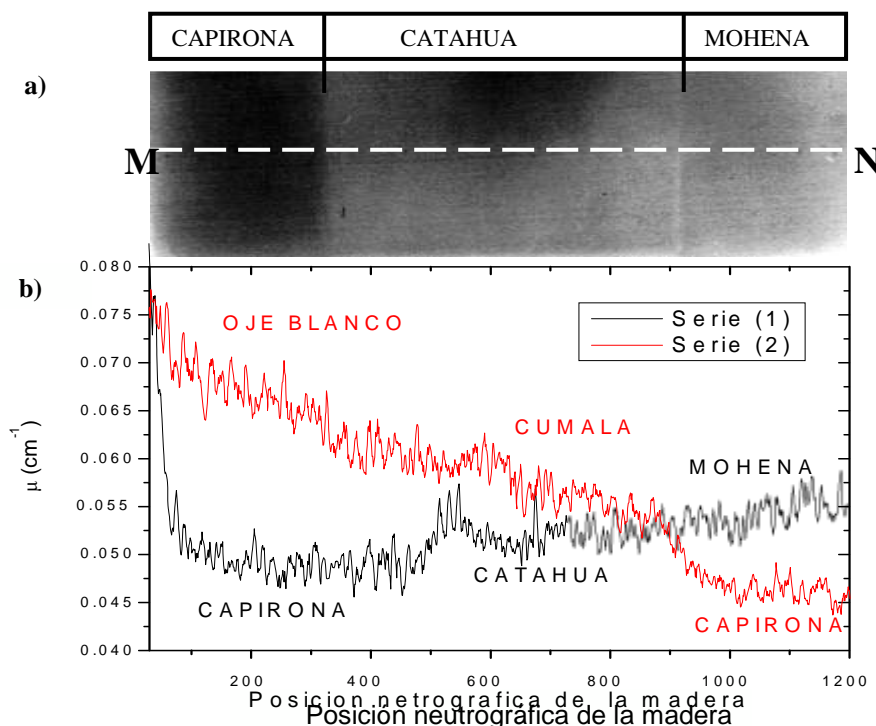


Figura 8: a) Positivo neutrográfico de la Capirona, Catahua y Mohena húmedas (Serie1), b) Espectros de atenuación lineal medido por transmisión neutrónica para la (Serie1), comparado con otras maderas secas Oje Blanco, Cumala y Capirona (Serie 2).

Tabla 4: Medición de la densidad por diferentes técnicas.

| Muestra | Densidad (g.cm ⁻³) | | |
|-----------------|--------------------------------|-------------------------|------------------------|
| | Medición directa | Medición Con Rad. Gamma | Medición con Neutrones |
| Catahua seca | 0.622 | 0.588 | 0.65 |
| Catahua húmeda | 0.648 | 0.639 | - |
| Mohena seca | 0.664 | 0.663 | 0.658 |
| Capirona seca | 0.844 | 0.822 | 0.870 |
| Capirona húmeda | 0.92 | 0.986 | 0.907 |

5. Conclusiones

La presente investigación ha permitido establecer las bases para el desarrollo de medición de la densidad en madera por rayos gamma y neutrones. Los ensayos de densitometría por rayos gamma usando una

fente de cobalto 60 de 75 mCi de actividad, así como una de las facilidades del reactor RP-10 operando a 320 kW de potencia y un flujo neutrónico de $5,6 \cdot 10^6$ (n s⁻¹cm⁻²) nos brindan resultados importantes en la medición de los coeficientes de atenuación (Tabla 4).

Esta investigación ha permitido establecer las correlaciones entre los coeficientes lineales de atenuación y las densidades por medio de los coeficientes máscicos de absorción de las maderas, coeficientes máscicos que caracterizan a cada una de ellas.

6. Agradecimientos

Se agradece la colaboración del Ing. Genaro Rodríguez, Ing. Mario Mallaupoma, Ing. Alvaro Aguirre, Ing. Walter Cruz, a los Ingenieros Marco Linares, Jhonny Vargas y bióloga Kety León por su apoyo en las actividades del proceso de irradiación. Al Dr. Julio Santiago, Dr. José Solís por las fructíferas discusiones sobre los pormenores del trabajo. Asimismo, al personal del reactor RP-10 por su apoyo para los ensayos de neutrografía.

7. Bibliografía

- [1] Macedo A, Vaz CMP, *et al.* Wood density determination by X- and gamma-ray. *Tomography Holzforschung*. 2002; 56(5): 535-540.
- [2] Woods FW, Hough WA, O'Neal D, Barnet J. Gamma ray attenuation by loblolly pine wood: An investigation of integral counting. *Forest Science*. 1965; 11(3):341-345.
- [3] Knoll GF. Radiation detection and measurement. 2nd Edition. New York: John Wiley & Sons Inc; 1979.
- [4] Feraz ESB, Aguilar O. Gamma-ray attenuation technique for determining density and water content of wood samples. *IPEF*. 1985 Aug; 30:9-12.
- [5] Karsulovic JT, Dinator MI, Morales J, Gaete V, Barrios A. Determinación del diámetro del cilindro central defectuoso en trozas podadas de pino radiata (*Pinus radiata*) mediante atenuación de radiación gamma. *Bosque*. 2005 ; 26(1):109-122.
- [6] ASTM “Standard Test Method For Water Absorption of Plastics” *ASTM D 570* – 95.
- [7] Gago J, López A, Acevedo M, Rodríguez J. Radiación gamma en el mejoramiento de las propiedades físicas de compuestos polímero –madera. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2005. Lima: Perú; 2006. p. 62-67.

Síntesis de nanovarillas de ZnO y su aplicación en la desinfección fotocatalítica del agua

Julio Alarcón¹, Francisco Paraguay², Alcides López^{1,3}, Juan Rodríguez^{1,3,*}

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

² Centro de Investigación en Materiales Avanzados S. C. Miguel de Cervantes 120, Chihuahua, Chih. CP 31109 México

³ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, P.O. Box 31-139, Av. Túpac Amaru 210, Lima, Perú

Resumen

Se han sintetizado varillas de ZnO con dimensiones transversales y longitudinales en la escala manométrica y micrométrica respectivamente. Estas nanovarillas se hicieron crecer sobre sustratos de vidrio usando el siguiente procedimiento: Primero se prepararon películas delgadas de ZnO de diferentes espesores por el método de rocío pirolítico usando una solución de acetato de zinc con pH entre 3.5 y 5.5, como solvente se empleó etanol y agua en una relación de 3:1, estas películas fueron usadas como precursoras y fueron posteriormente sumergidas en un baño de 2.1 M Zn(NO₃)₂ y 15 M NaOH a 90 °C durante diferentes tiempos. El material resultante fue caracterizado morfológicamente por microscopía electrónica de barrido y de transmisión, la estructura cristalina fue determinada usando difracción de rayos X y se usó espectroscopia UV-Visible a fin de estudiar su absorbancia óptica. Las varillas nanoestructuradas fueron usadas para degradar fotocatalíticamente bacterias *E-coli* en agua bajo la acción de una lámpara con radiación UV, lográndose eliminar una cepa completa de 6.86x10⁶ UFC en 60 minutos. Se muestra la correlación entre la cristalinidad, morfología y efectos de la degradación de las bacterias.

Abstract

It has been synthesized ZnO rods with transversal dimensions in the nanometer range and micrometer size. Nanorods were growth onto a flat glass substrate following the next procedure: First ZnO films with different thicknesses were prepared by spray pyrolysis and were used as a seeds, these films were prepared using zinc acetate solutions at defined pHs (3.5 to 5.5) and a ratio 3:1 of ethanol to water acting as a solvent. Then in order to obtain the rods, the obtained films were then placed in a bath treatment with 2.1 M Zn(NO₃)₂ and 15 M NaOH at 90 °C at different times. The resulting material was characterized morphologically by scanning electron microscopy and transmission electron microscopy; X-ray diffraction was used to study its microstructure and spectroscopic studies in the ultraviolet-visible range were performed in order to characterize its optical absorbance. Prepared rods were studied for the photocatalytic degradation of *E-coli* bacterias in water under UV-A radiation, a completely sample of 6860000 UFC was eliminated in 60 minutes. It is shown the correlation among crystallinity, morphology and bacteria degradation effects.

1. Introducción

El ZnO ha atraído considerable atención científica y tecnológica debido principalmente a la posibilidad de controlar la orientación cristalina de su crecimiento y su habilidad de autoensamblaje, haciendo posible su aplicación en nuevas formas de dispositivos fotónicos [1-4]. Este óxido es un semiconductor tipo n de banda de energía prohibida ancha y se usa extensivamente en superficies de dispositivos de onda acústica y electrodos conductores transparentes [5]. El material en forma de varillas de dimensiones

manométricas tiene propiedades que son distintas al material a escala macrométrica. Bajo excitación óptica de la superficie del ZnO auto ensamblado [6], se aprecia un corte a 385 nm, esta propiedad ha favorecido la construcción de celdas solares [7], materiales fotocatalíticos [8], también se han ensayado métodos fotocatalíticos bajo acción de la radiación solar [9] para destruir bacterias, prevenir la aparición de hongos en

*Correspondencia autor: jrodriguez@ipen.gob.pe

ciertos productos industriales y crear medios con condiciones higiénicas aceptables.

Se ha logrado la inactivación fotocatalítica del Gram negativo *Escherichia coli* y Gram positivo *Lactobacillus helveticus* mediante TiO_2 y ZnO con radiación ultra violeta a 365 nm en un reactor tipo baño [10]. Otras de las posibles aplicaciones se aprecian en los dispositivos electrocrómicos [11] y sensores de humedad [12]. Algunas técnicas físico-químicas han sido empleadas para crecer nanovarillas y nanoalambres de ZnO como evaporación por láser pulsado [13]. Recientemente se ha reportado la síntesis de nanovarillas de ZnO sobre sustrato de silicio [14] por medio de una ruta simple a partir de una solución de ZnO a bajas temperaturas.

En este trabajo se presenta un proceso novedoso del crecimiento de nanovarillas de ZnO a partir de una película delgada de ZnO sobre un sustrato de vidrio obtenido por rocío pirolítico químico, esta película sirve como un precursor para el crecimiento subsiguiente de nanovarillas usando soluciones acuosas. Las películas resultantes han sido probadas exitosamente en la degradación fotocatalítica de bacterias en medio acuoso.

2. Experimental

Se ha usado nitrato de zinc [$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] de grado analítico y acetato de zinc [$\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$] PA 100%, de Fermont, NaOH 98% PA de Sustancias Químicas EKA. Todos los reactivos fueron utilizados sin purificación adicional, los sustratos de vidrio fueron limpiados en un baño ultrasónico con etanol y agua respectivamente.

2.1 Fabricación de las muestras

Las películas de óxido del zinc fueron preparadas utilizando un sistema de rocío pirolítico donde se utiliza un nebulizador de uso médico como atomizador. La solución precursora es 0,1 M de acetato de zinc disuelta en agua desionizada, al cual se le agregaron, algunas gotas de ácido acético para obtener una disociación total del acetato de zinc. El pH de la solución precursora fue ajustado agregando unas gotas de ácido acético. Con la finalidad de homogenizar la solución inicial se agregó etanol en una proporción etanol/agua de 0,92. El aerosol de

la solución precursora producida en el nebulizador fue rociado sobre un sustrato caliente a 350 °C donde la película se forma y sirve posteriormente como precursor para el crecimiento de las nanovarillas. Como gas portador fue utilizado aire comprimido y se mantuvo a un flujo de 15 L/min y una presión de 1.7×10^5 Pa, respectivamente.

Para obtener las nanovarillas, las películas obtenidas fueron sumergidas en 2,1 M de $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ y 15 M de NaOH mantenidos a 90 °C por 1 h. La morfología y estructura del material resultante fue caracterizado usando un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL LV J5800, un microscopio electrónico de barrido transmisión (STEM) PHILIPS EM 400 y un difractómetro de rayos X marca Panalytical. Los estudios de degradación fotocatalítica de bacterias en agua se realizó utilizando 500 mL de agua contaminada con *E-colis* al cual se le irradió con luz ultravioleta cercana (310-400 nm) por medio de una lámpara OSRAM Ultravitalux de 230 W, dicha radiación fue filtrada con 2 cm de agua para evitar la radiación infrarroja. La potencia de la irradiación en el depósito fue de 15 W/m^2 en el rango cercano de la radiación UV.

La cuantificación de la población de bacterias en el agua durante el experimento fue realizada utilizando el equipo portátil Oxfam-DelAgua, este equipo proporciona información sobre la calidad bacteriológica de agua.

El análisis de coliformes totales en muestras de agua se realizó pasando una cantidad fija de agua por un filtro estéril. En este sistema, cualquier bacteria presente en el agua es atrapada en el filtro, luego el filtro se coloca en una almohadilla de papel en el cual previamente se embebió con un medio líquido de crecimiento (Caldo Luria) que alimentará las bacterias coliformes, pero inhibirá el crecimiento de cualquier otro tipo de bacteria atrapada por el filtro. Solo después del proceso de incubación a 37 °C por 18 h será posible contar las unidades formadoras de colonias (UFC) de *E-colis* y *pseudomonas*.

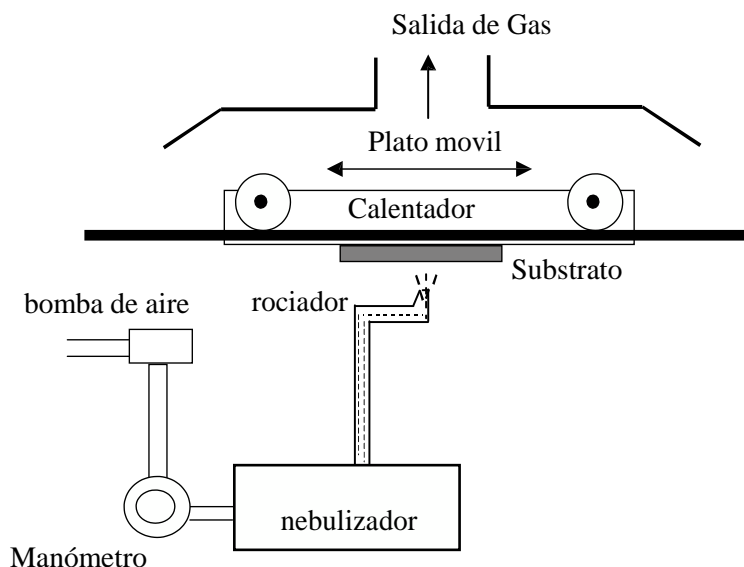


Figura 1: Detalle del sistema de rocío pirolítico usado en la deposición de las películas semilleros

3. Resultados y Discusión

Se han estudiado los factores que influyen en la producción de nanovarillas de ZnO. Fueron analizadas la influencia del baño y el tratamiento térmico después de la preparación de las películas precursoras. Se estudió la influencia del espesor de la película precursora y el efecto del pH de la solución precursora en la obtención de la película precursora.

3.1 Influencia del tratamiento en baño térmico

En todos los casos se fabricaron películas de ZnO, haciendo que el rociador pirolítico pase 10 veces por el sustrato, tal como se muestra en la Figura 1, el tratamiento fue hecho mediante un baño térmico con $[Zn(NO_3)_2] = 2.1 \text{ M}$ y $[NaOH] = 15 \text{ M}$ a $90 \text{ }^\circ\text{C}$ en diferentes tiempos. Los resultados son mostrados en las micrografías obtenidas por MET en la Figura 2, en donde se observa que solo mediante el tratamiento de baño térmico se produce el crecimiento de las nanovarillas, adicionalmente se distingue una estructura $Zn(OH)_2 \cdot 0.5H_2O$ el cual ha sido indexada de acuerdo con los patrones de difracción electrónica. Sin embargo, cuando la película precursora es colocada en un baño térmico a $90 \text{ }^\circ\text{C}$ por 1 h se observa una población de nanovarillas de aproximadamente 30 nm de sección transversal y varias micras de longitud, de acuerdo con el cálculo mediante

la ecuación de Scherrer para las distancias interplanares con índices de Miller (002), alcanzan un tamaño de grano medio de 29,7 nm, se observa también en el patrón de difracción, que el pico máximo corresponde al $Zn(OH)_2$ con índices de Miller (002). Después de 9 h de tratamiento en baño térmico, las nanovarillas de ZnO se muestran más anchas que las anteriores, en este caso de 10 nm de sección transversal y la estructura cristalina del ZnO.

3.2 Influencia del espesor de las películas precursoras

Este efecto fue estudiado mediante la obtención de películas precursoras con diferentes espesores. Después de la preparación, las películas de ZnO fueron sumergidas en un baño para su tratamiento térmico a $90 \text{ }^\circ\text{C}$. Las muestras obtenidas son presentadas en la Figura 3 mediante MEB y se ha observado que al incrementarse del número de capas de ZnO obtenidas sobre el vidrio para hacer la función de semilla, disminuye la homogeneidad superficial, por ejemplo cuando se usan 4 capas de ZnO, la sección transversal de los nanovarillas es del orden nanométrico y crecen manteniendo un alineamiento importante cuando se usan 12 o 16 capas.

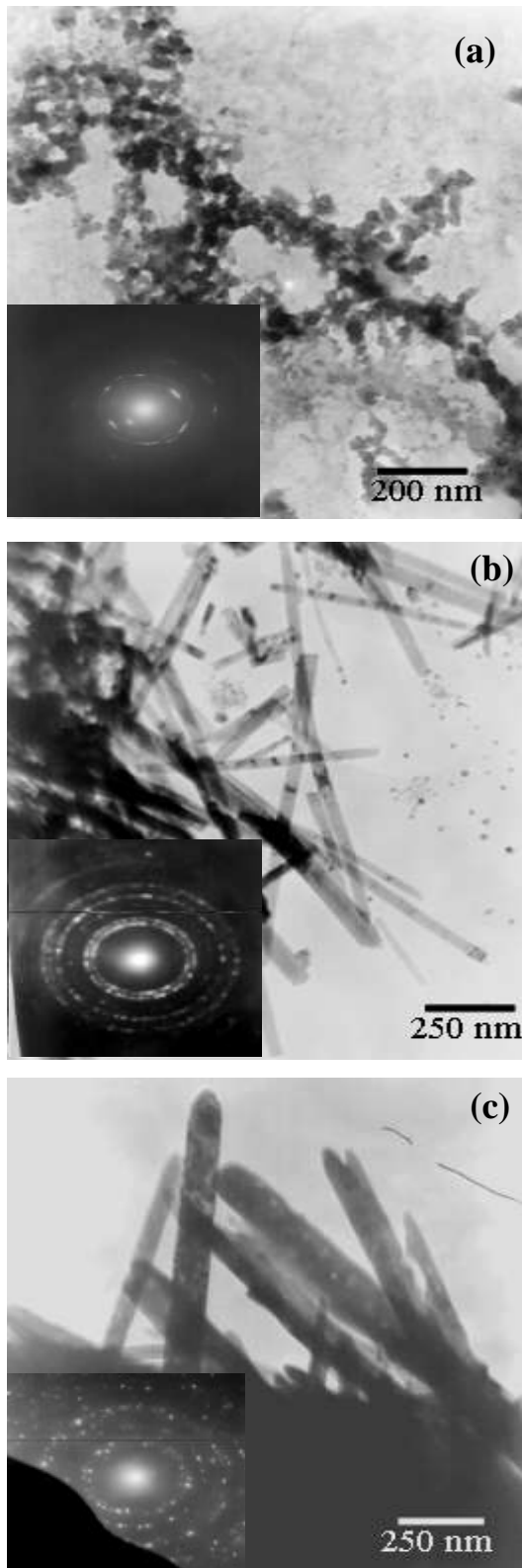


Figura 2: Micrografía TEM de las nanovarillas de ZnO obtenidas sin tratamiento térmico (a) y con tratamiento de baño térmico en 1 M de $Zn(NO_3)_2$ y 15 M de NaOH a $90^\circ C$ por b) 1 h y c) 9 h.

Adicionalmente, la homogeneidad de las nanovarillas decrece en estos casos, el cual debido al hecho que las semillas están en una película muy delgada con la mayor homogeneidad en la rugosidad al inicio del crecimiento de las nanovarillas. La estructura cristalina fue analizada por difracción de rayos X. Los resultados obtenidos son mostrados en la Figura 4 y se observa que tiene la estructura zincita. Los picos correspondientes a los planos cristalinos con índices de Miller (100), (002), (101), (102) y (103), teniendo el (002) como la dirección preferencial.

3.3 Influencia del pH en la preparación de las semillas

La influencia del pH en las películas precursoras obtenidas mediante rocío pirolítico fue estudiado en el rango de pH entre 2.0 y 5.0. Como es sabido, el pH alto produce una película mas rugosa y con salientes en la superficies, la variación del pH sobre las condiciones de fabricación de las películas de ZnO produce un cambio en la forma de las partículas, las formas mas planas se obtuvieron a $pH=2.0$, y redondeadas cuando fueron depositadas a $pH=5.0$. Este hecho parece influir en el crecimiento de las nanovarillas de ZnO. Se observa en la Figura 5, a $pH=3.5$ que las varillas de ZnO son irregulares y anchas que los fabricados con una película precursora obtenida a $pH 4.0$. Esta tendencia parece afectar el crecimiento del ZnO como semillas preparadas a $pH 4.8$, en el que se observa una estructura compacta, este hecho se correlaciona con la transmitancia espectral presentada en la Figura 7, en el cual las películas con mayor transmitancia espectral pueden ser observadas para las semillas preparadas a $pH 5,5$ que las preparadas a $pH 3,5$, esto es debido al hecho que las películas de ZnO son más compactas y no difunden la luz como lo hacen las películas con nanovarillas de ZnO.

La estructura cristalina fue analizada por difracción de rayos X. Los resultados obtenidos se muestran en la Figura 6. Los difractogramas muestran que la estructura cristalina esta compuesta por la estructura zincita.

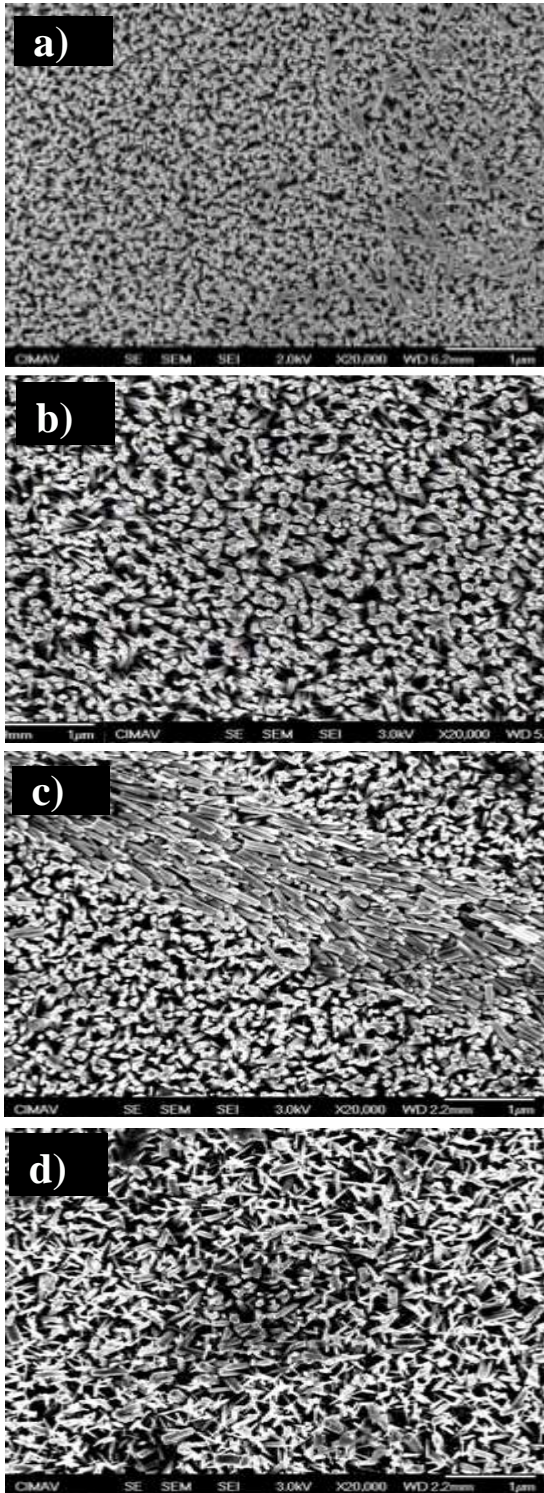


Figura 3: Micrografía MEB de nanovarillas de ZnO fabricadas sobre películas semillero de ZnO incrementando sus espesores, representado por el número de pasadas (capas) del rociador sobre el sustrato: a) 4 capas de semillas, b) 8 capas de semillas, c) 12 capas de semillas y d) 16 capas de semillas.

La discrepancia observada en las muestras caracterizadas por MET y por difracción de rayos X se ven reconciliadas ya que el MET

toma una parte microscópica de la muestra para su análisis mientras que la difracción de rayos X toma una cantidad de muestra mucho más representativa y porque analiza zonas del orden milimétrico.

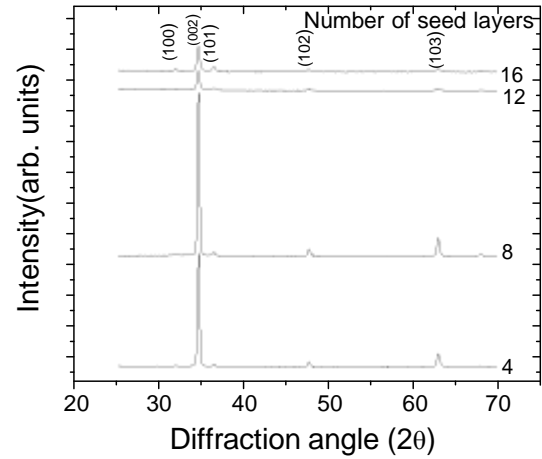


Figura 4: Difracción de rayos X de nanovarillas de ZnO sobre vidrio. Las varillas fueron fabricadas sobre diferentes espesores de semilleros.

3.4 Degradación fotocatalítica de las bacterias

La reactividad fotocatalítica de las nanovarillas preparadas fueron estudiadas mediante la aniquilación de bacterias *E-coli* en el agua bajo acción de la radiación UV-cercana de una lámpara. Se observó una dependencia de la muerte bacterial con respecto al pH de las semillas utilizadas para el crecimiento de nanovarillas de ZnO. Teniendo en cuenta que la dependencia observada de la morfología de las nanovarillas de ZnO (Figura 4) con el pH, es posible discutir una correlación entre la morfología y la degradación de las bacterias, en todos los casos las estructuras cristalinas fueron semejantes. Es posible asumir que el principal factor que influye en la degradación de bacterias es el incremento del área de semillas fabricadas entre pH 4,1 y 4,7, sin embargo para el caso de las semillas a pH=5.8, parece no ser favorable para el crecimiento de nanovarillas de ZnO, lo cual es observado por MEB (Figura 5c) y corroborado espectralmente (Figura 7), la estructura obtenida es más compacta, reduciendo su capacidad fotocatalítica capaz de desactivar los *E-coli* en el agua, los resultados pueden apreciarse en la Tabla 1.

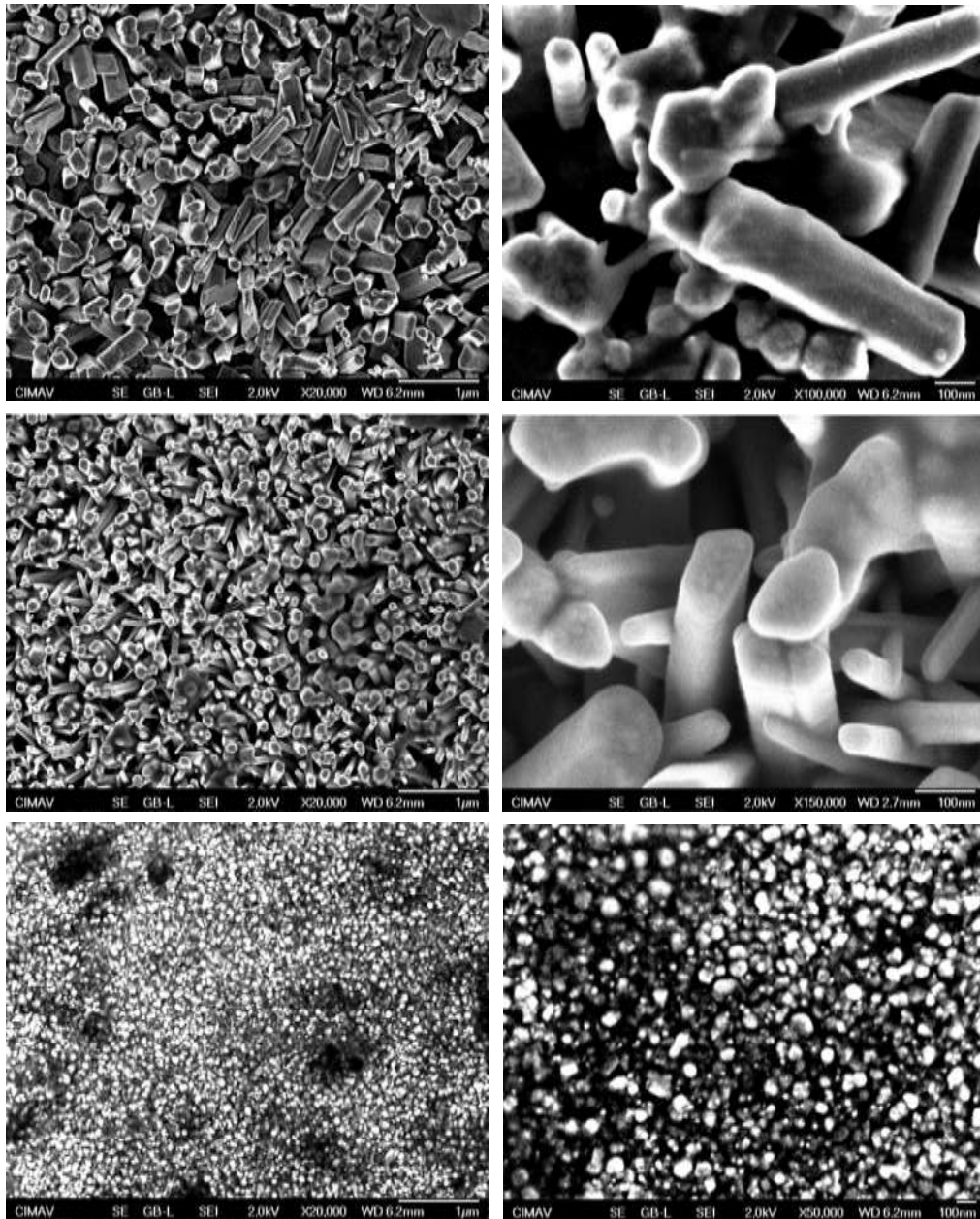


Figura 5: Micrografías MEB de nanovarillas de ZnO fabricados sobre semilleros de ZnO preparadas pirólicamente a pH: a) 3.5, b) 4.0 y c).

4. Conclusiones

Se han fabricado nanovarillas de ZnO uniformemente alineadas mediante la técnica de rocío pirólicamente sobre vidrio a partir de semillas del mismo material seguidos de un tratamiento mediante baño térmico en 1M $Zn(NO_3)_2$ y 15 M de NaOH a 90 °C. Mediante la difracción de rayos X se ha observado la estructura de la Zincita con un crecimiento preferencial de los planos con índices de Miller (002) que lo hace característicos de éstos, con una escasa

variación en la intensidad de los planos cristalinos cuando el espesor de las películas semilleros cambia de pH. Las nanovarillas obtenidas a partir de las películas semilleros fueron utilizadas exitosamente para exterminar fotocatalíticamente bacterias *E. coli* en el agua, las nanovarillas preparadas a pH 4.7 lograron aniquilar completamente 6860000 unidades formadoras de colonias en 60 min, abriendo así la posibilidad de descontaminar aguas en grandes cantidades usando la componente UV de la radiación solar y las nanovarillas de ZnO.

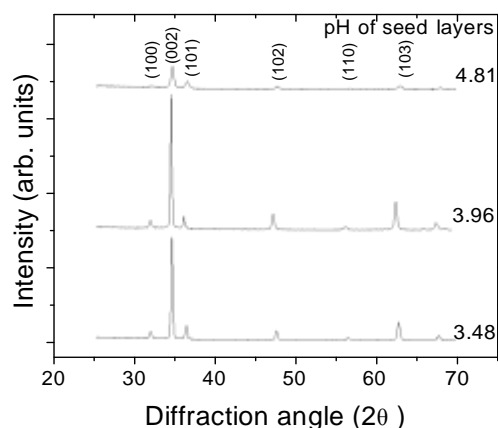


Figura 6: Difracción de rayos X de nanovarillas de ZnO sobre vidrio, fabricadas pirolíticamente a diferentes pHs.

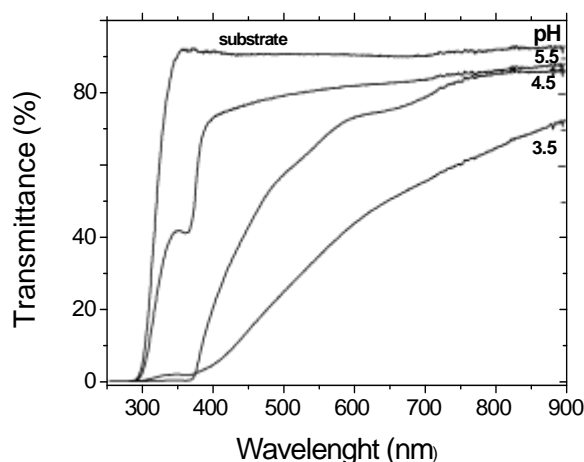


Figura 7: Medición espectral de la transmitancia para nanovarillas de ZnO fabricados pirolíticamente a diferentes pHs.

Tabla 1: Aniquilación de colonias de E-coli por acción de la radiación UV cercana y nanovarillas de ZnO. Se muestran los pH empleados para la preparación de las semillas.

| Tiempo | Fotólisis | pH = 5.8 | pH = 4.7 | pH = 4.1 |
|---|-------------------|-----------------|------------------|------------------|
| | UFC/ 10 ml E-coli | UFC/10ml E-coli | UFC /10ml E-coli | UFC /10ml E-coli |
| control Inicial | 6860000 | 6860000 | 6860000 | 7030000 |
| 20 min. | incontable | incontable | 13800 | incontable |
| 60 min. | incontable | 1200 | 0 | 1500 |
| Adsorción a oscuras después de 30 minutos | | incontable | incontable | incontable |
| Adsorción a oscuras después de 60 minutos | | incontable | incontable | incontable |
| Control Final | 7080000 | 7080000 | 7080000 | 7000000 |

5. Agradecimientos

Nuestro agradecimiento a Jackeline Venero por los estudios bacteriológicos y a María Quintana por las fructíferas discusiones.

6. Referencias

- [1] Vinay Gupta V, Bhattacharya P, Yuzuk YI, Sreenivas K, Katiyar RS. Optical phonon modes in ZnO nanorods on Si prepared by pulsed laser deposition. *Journal of Crystal Growth*. 2006; 287(1):39-43.
- [2] Yongsheng Zhang, Ke Yu, Shixi Ouyang, Ziqiang Zhu, *Physica B*. in press.
- [3] Meng XQ, Shen DZ, *et al.* *Solid State Communications*. 2005; 135:179-182.
- [4] Ying Dai, Yue Zhang, Yuan Qiang Bai, Zhong Lin Wang. *Chemical Physics Letters*. 2003; 375:96-101.
- [5] Maniv S, Zangvil A. *J Appl Phys*. 1978; 52:2787.
- [6] Gengmin Zhang, Qifeng Zhang, Yi Pei, Liang Chen. *Vacuum*. 2004; 77:53-6.

- [7] Zhitao Chen, Lian Gao. A facile route to ZnO nanorod arrays using wet chemical method *Journal of Crystal Growth*. 2006; 293(2):522-7.
- [8] Byrappa K, Subramani AK, *et al.* *Bull. Mater. Sci. (India)*. 2006 ; 29(5) :433-8.
- [9] Seven O, Dindar B, Aydemir S. *et al.* *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 2004; 165(1-3):103-7.
- [10] Hsuan-Liang Liu, Thomas C, Yang K. *Process Biochemistry*. 2003; 39(4):475-481.
- [11] Zuo C, Nie G, Gu X, *et al.* *Materials Letters* 61. 2006; (13):2632-37.
- [12] Yongsheng Zhang, Ke Yu, *et al.* *Applied Surface Science*. 2006; 242:212-17.
- [13] Ye Sun, Gareth M. Fuge, *et al.* *Superlattices and superstructures*. 2006; 39: 33-40.
- [14] Z Chen, L Gao, *J. Crystal Growth*, **293** (2006) 522.

Síntesis radiolítica de nanopartículas de plata estabilizadas con polivinil pirrolidona

Julieta Cabrera¹, Alcides López^{1,2}, Julio Santiago^{2,3},

¹ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru 210, Lima 25, Perú

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

³ Departamento de Química Orgánica, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se ha obtenido coloides de nanopartículas de plata por reducción inducida por radiación gamma a partir de soluciones acuosas de AgNO_3 , usando isopropanol como captor de radicales y polivinil pirrolidona (PVP) como estabilizador del coloide. La influencia de cada componente en la formación de las nanopartículas, fueron evaluadas por espectroscopia UV-Visible y Microscopia Electrónica de Transmisión, observándose formaciones dendríticas para la solución acuosa de AgNO_3 , partículas aglomeradas para las mezclas AgNO_3 -isopropanol y nanopartículas para las mezclas de AgNO_3 -PVP y AgNO_3 -PVP-isopropanol. El tamaño de las nanopartículas está alrededor de 25nm, observándose además una distribución de tamaño de partículas estrecha para la mayoría de casos. Los espectros UV-Visible de los coloides obtenidos confirman la presencia de nanopartículas de plata al observarse los máximos de la banda de absorción del plasmón superficial alrededor de 410nm.

Abstract

Colloidal silver nanoparticles were obtained using gamma irradiation induced reduction of their aqueous solution of AgNO_3 using isopropanol as radical scavenger and polyvinyl pyrrolidone as colloidal stabilizer. The role of these reagents in the nanoparticles formation was evaluated by UV-Visible spectroscopy and transmission electron microscopy. Dendritic formation for aqueous solution of AgNO_3 was observed, while microscopic silver particles were obtained from the AgNO_3 -isopropanol mixture. Silver nanoparticles were obtained only from AgNO_3 -PVP y AgNO_3 -PVP-isopropanol solutions. The size of nanoparticles are around 25nm, with a narrow size distribution for most cases. The UV-Visible spectra confirm the presence of silver nanoparticles showing the maximum of surface plasmon absorption bands around 410nm.

1. Introducción

El estudio y preparación de partículas metálicas con dimensiones nanométricas son de gran interés en investigación y tecnología de los materiales debido a que poseen interesantes propiedades ópticas, magnéticas y electrónicas. Las propiedades intrínsecas de las nanopartículas metálicas están determinadas por su tamaño, forma, composición y cristalinidad. [1,2]. En tal sentido, las nanopartículas pueden ser ventajosamente utilizadas en el desarrollo y fabricación de nuevos dispositivos tales como biosensores, dispositivos electro ópticos, materiales con alta capacidad de almacenamiento de datos o catalizadores [3-6].

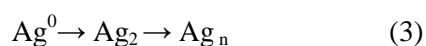
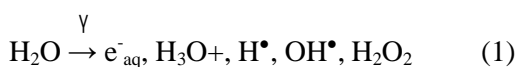
Las nanopartículas de plata son muy importantes en muchos campos, tales como

substratos optimizados para espectroscopia Raman (SERS) [7,8], biosensores ópticos [9], sondas ópticas de campo cercano [10] y como catalizador [11]. Se han reportado numerosas técnicas para la preparación de nanopartículas, tales como reducción química [12-14], fotoquímica [15,16], electroquímica [17,18], sonoquímica [19] y radiolítica [20-23]. De éstas, la síntesis radiolítica es la mas promisorio debido a que posee algunas importantes ventajas comparado con los métodos químicos y fotoquímicos convencionales como son: (i) El proceso es simple y limpio (ii) la irradiación con rayos gamma es segura e inofensiva (iii) la reducción controlada de iones metálicos puede llevarse a cabo sin usar excesivo agente reductor o generar productos de oxidación indeseados (iv)

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

el método puede proporcionar nanopartículas metálicas completamente reducidas y de alta pureza y estabilidad [23].

En el método de reducción radiolítica, las soluciones acuosas son expuestas a la radiación gamma y reaccionan de acuerdo con la ecuación 1, creando electrones solvatados, e^-_{aq} , los cuales reducen los iones metálicos, de acuerdo con la ecuación 2. Los átomos metálicos se unen formando partículas que coalescen para formar aglomerados como se muestra en la ecuación 3 [24].



Aprovechando las ventajas únicas de ésta técnica, en este trabajo se presentan los resultados de la obtención de nanopartículas de plata por radiación gamma, a partir de soluciones acuosas de $AgNO_3$, utilizando isopropanol y PVP como neutralizador de radicales OH^\bullet y estabilizador del coloide, respectivamente. Los resultados obtenidos nos permitirán, en un futuro próximo, preparar películas de PVP dopadas con nanopartículas de plata para ser empleados como apósitos para el tratamiento de quemaduras o lesiones graves a la piel [25].

2. Experimental

2.1 Materiales

Se utilizó polivinil pirrolidona de 40kDa (Loba Chemie), isopropanol (Fermont) y $AgNO_3$ (Movilab). Todos de grados analíticos y usados sin ninguna purificación posterior.

2.2 Preparación de las muestras

Se prepararon soluciones acuosas de $AgNO_3$ (2×10^{-4} hasta $2 \times 10^{-2}M$), $AgNO_3$ en PVP (0,5; 0,8 y 1% wt/V), $AgNO_3$ en isopropanol (2, 4 y 6M). La concentración final del $AgNO_3$ en estas dos últimas soluciones fue de $2 \times 10^{-2}M$. Estas fueron contenidas en envases de plástico, burbujeadas con N_2 e irradiadas a 25 kGy con una tasa de dosis de aproximadamente 7,8 kGy/h.

Igualmente se prepararon mezclas ternarias de $AgNO_3$, PVP e isopropanol, en las concentraciones indicadas en la Tabla 1, y se irradiaron en las condiciones ya descritas.

2.3 Caracterización de los coloides

Para el análisis por espectroscopia UV-Vis se utilizó el equipo Biochrom Libra S22. Los coloides fueron diluidos en una proporción 1:40 con agua. Los tamaños, forma y fases de las nanopartículas fueron analizados usando el Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) Philips EM 400 operando a 80kV.

3. Resultados y Discusión

La exposición de las soluciones acuosas de $AgNO_3$, $AgNO_3$ -PVP y $AgNO_3$ -iPrOH a la radiación gamma permitió la obtención de soluciones coloidales con características diferentes.

La irradiación de las soluciones de $AgNO_3$ y $AgNO_3$ -isopropanol no produce nanopartículas de plata. En las soluciones acuosas de $AgNO_3$, solo se observaron pequeños precipitados oscuros en una solución transparente. La observación por MET de dichos sólidos revela formaciones dendríticas, Figura 1a. El patrón de difracción de electrones correspondiente indica que se trata del $AgNO_3$ que no ha reaccionado. En cambio, para la muestra de $AgNO_3$ -isopropanol 4M se ha observado la coalescencia de partículas de óxidos de plata principalmente, Figura 1b.

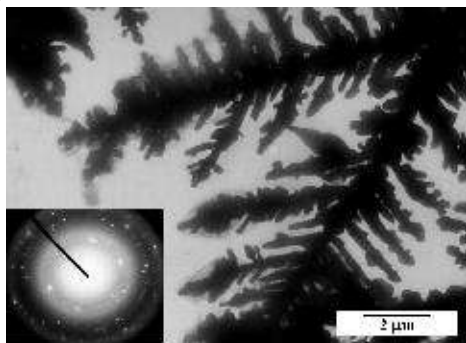
Para las mezclas $AgNO_3$ -PVP se obtuvieron soluciones coloidales de color anaranjado amarillento, excepto para el caso de la muestra con PVP al 0,8% wt/V que presenta una tonalidad más oscura. Los espectros UV-Visible de los coloides, obtenidos a partir de las mezclas $AgNO_3$ -PVP a diferentes concentraciones de PVP (0,5 y 1% wt/V), presentan sus máximos de la banda de absorción del plasmón superficial en 414nm. En cambio, la solución coloidal obtenida con PVP al 0,8% presenta un pico más ancho y con un ligero corrimiento del λ_{max} a 420nm, Figura 2.

En las imágenes MET de las mezclas $AgNO_3$ -PVP 0,5 y 1% wt/V se observaron nanopartículas mayoritariamente esféricas de tamaños entre 10 y 50nm, Figura 3. Por otro lado, el análisis por difracción de electrones revela la presencia de Ag acompañada de algunos óxidos así como de $AgNO_3$. En

cambio, cuando se utilizó PVP al 0,8% se obtuvieron nanopartículas de plata de forma hexagonal. La forma y tamaño de las nanopartículas observadas por MET podría explicar el corrimiento de los

λ_{max}
observados en la Figura 2.

a)



b)

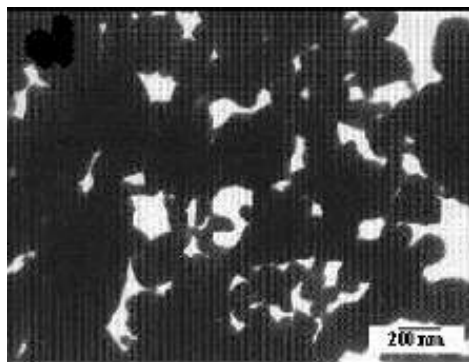


Figura 1: Imágenes MET de las muestras obtenida al irradiar las soluciones acuosas de a) AgNO_3 y b) AgNO_3 -iPrOH.

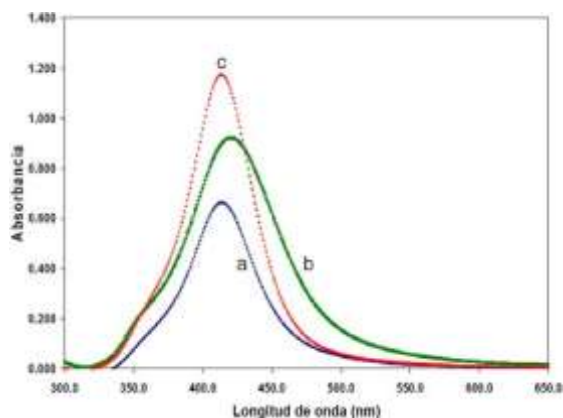


Figura 2: Espectros UV-Visible de coloides de nanopartículas de plata obtenidos a partir de las mezclas AgNO_3 2×10^{-2} M – PVP, con PVP al 0,5% (a), 0,8% (b) y 1% wt/V (c) en agua.

En las mezclas AgNO_3 -PVP-isopropanol, Tabla 1, la absorbancia disminuye al incrementarse la concentración de PVP mientras que la ubicación del pico se mantiene constante en 410nm. Por otro lado, se observa que la absorbancia no es

proporcional a la concentración de isopropanol; sin embargo, es notorio un ligero desplazamiento de la banda de absorción a 415nm acompañado de un ensanchamiento para la muestra con menor concentración de isopropanol. Con respecto a la concentración de AgNO_3 en la mezcla, la absorbancia se incrementa al aumentar la concentración de AgNO_3 . Por otro lado, en las condiciones evaluadas se han obtenido nanopartículas de plata solo para mezclas con concentraciones de AgNO_3 mayores a 2×10^{-4} M.

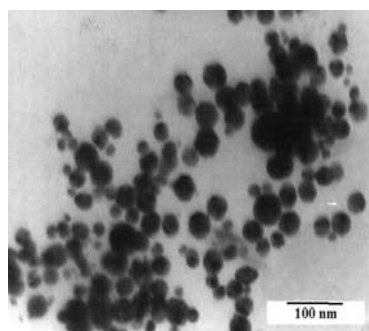


Figura 3: Imagen MET de la solución acuosa de AgNO_3 -PVP 0,5%.

Tabla 1: Propiedades físicas de nanopartículas de plata preparadas a diferentes concentraciones de AgNO_3 , PVP e isopropanol.

| AgNO_3 2×10^{-2} M – PVP 0,5 % wt/V | | | | |
|--|----------------|-------------|--------------------------|--------------------------|
| iPrOH (M) | λ (nm) | Absorbancia | Ancho medio de pico (nm) | Tamaño de partícula (nm) |
| 2 | 415 | 1.56 | 87 | 15-40 |
| 4 | 410 | 2.70 | 65 | ~25 |
| 6 | 410 | 2.14 | 68 | ~25 |
| AgNO_3 2×10^{-2} M – isopropanol 4 M | | | | |
| PVP (%) | | | | |
| 0,5 | 410 | 2.70 | 65 | ~25 |
| 0,8 | 410 | 2.70 | 60 | ~25 |
| 1 | 410 | 0.67 | 80 | 10-50 |
| PVP 0,5 % wt/V – isopropanol 4 M | | | | |
| AgNO_3 | | | | |
| 2×10^{-4} M | - | - | - | 40-100 |
| 2×10^{-3} M | 410 | 1.17 | 138 | 20-100 |
| 2×10^{-2} M | 410 | 2.70 | 65 | ~25 |

En las imágenes obtenidas por MET de las mezclas AgNO_3 -PVP-isopropanol se observa que los tamaños de las nanopartículas obtenidas son más homogéneas. Al evaluar el efecto de la concentración de isopropanol en la mezcla las imágenes por MET revelan la presencia de aglomerados y partículas con distribución de tamaños amplios entre 15 y 40nm, esto también se ve representado por el ensanchamiento de las bandas de absorción

observados por espectroscopia UV-Visible. Para las muestras con mayor concentración de alcohol vemos que mejora la homogeneidad en el tamaño de partículas, observándose una distribución estrecha alrededor de 25nm, Figura 4.

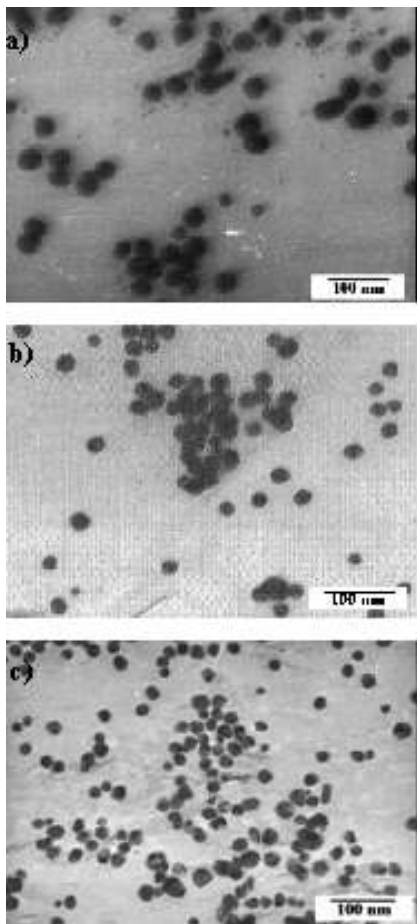


Figura 4: Imágenes MET de las nanopartículas obtenidas con las mezclas AgNO_3 $2 \times 10^{-2}\text{M}$, PVP 0,5 %wt/V e isopropanol a) 2M, b) 4M y c) 6M.

Con respecto a la concentración de PVP en las mezclas se observan nanopartículas más o menos esféricas y tamaños muy homogéneos, alrededor de 25nm para el caso de las muestras con 0,5 y 0,8% wt/V de PVP y en su mayoría pequeños aglomerados para la muestra con PVP al 1% wt/V, Figura 5. Por otro lado, a partir de los análisis por difracción de electrones se determinó la presencia de plata mayoritariamente.

La formación de nanopartículas de plata se favorece con la concentración de AgNO_3 inicial. Para concentraciones menores a $2 \times 10^{-3}\text{M}$ ya no se obtienen coloides, observándose por MET partículas que en su mayoría coalescen de forma similar a lo

observado en las mezclas AgNO_3 -isopropanol, Figura 6.

En general, se ha podido comprobar que el ensanchamiento de las bandas de absorción está relacionado con el tamaño y distribución de las nanopartículas.

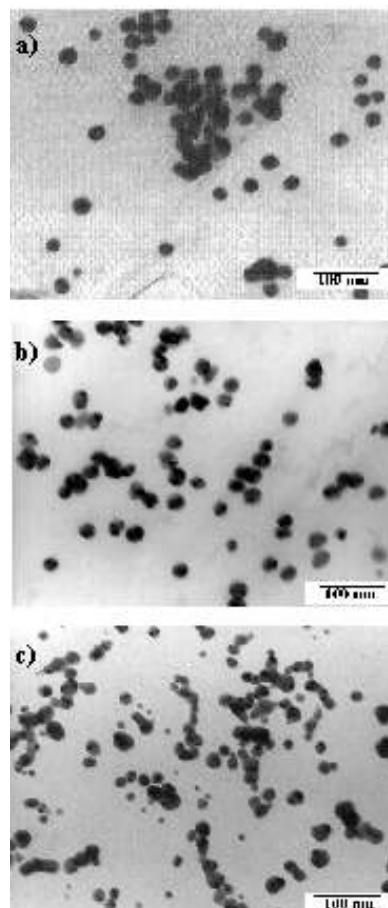


Figura 5: Imágenes MET de las nanopartículas obtenidas al irradiar mezclas de AgNO_3 $2 \times 10^{-2}\text{M}$ - isopropanol 4M y PVP al a) 0,5%, b) 0,8% y c) 1%.

4. Conclusiones

Se han obtenido nanopartículas de plata a partir de mezclas de AgNO_3 -PVP-isopropanol en agua por efecto de la radiación gamma. En este proceso, el PVP juega un rol muy importante en la estabilización de las nanopartículas. En ausencia de PVP se obtienen solamente AgNO_3 o Ag_2O . En cambio, la presencia del isopropanol en las mezclas ternarias permite obtener materiales homogéneos, con una dispersión más estrecha de los tamaños de partículas así como la disminución de formaciones dendríticas.

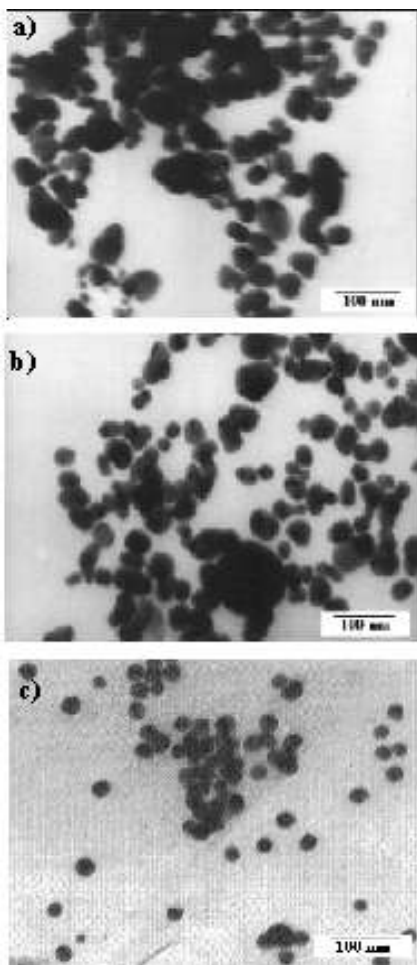


Figura 6: Imágenes MET de las nanopartículas en la mezcla PVP 0.5% wt/V-isopropanol 4M - AgNO₃ a) 2×10^{-4} M, b) 2×10^{-3} M y c) 2×10^{-2} M.

5. Agradecimientos

A W. Carhuapoma por su apoyo en la espectroscopia UV-Visible. A los Ingenieros M. Linares y J. Vargas por su apoyo en las actividades de irradiación gamma. Al Ing. J. Gago por su apoyo en el procesamiento de las difracciones electrónicas.

6. Bibliografía

- [1] Corriu R, Mehdi A, Reyé C. Molecular chemistry and nanosciences: on the way to interactive materials. *J. Mater. Chem.* 2005; 15:4285-94.
- [2] Gehr R, Boyd R. Optical Properties of Nanostructured Optical Materials. *Chem Mater.* 1996; 8:1807-19.
- [3] Soloviev M. Nanobiotechnology today: focus on nanoparticles. *Journal of Nanobiotechnology.* 2007; 5:11-3.
- [4] Wouters D, Schubert U. Sequential oxidation and functionalization of

nanostructures: the site-specific controlled assembly of different sized particles on a surface, *J. Mater. Chem.* 2005; 15: 2353-55.

[5] Harpeness R, Gedanken A. The microwave-assisted polyol synthesis of nanosized hard magnetic material, FePt. *J. Mater. Chem.* 2005; 15:698-702.

[6] Grossiord N, Loos J, Koning C. Strategies for dispersing carbon nanotubes in highly viscous polymers. *J. Mater. Chem.* 2005; 15: 2349-52.

[7] Faulds K, Smith W, Graham D. Evaluation of surface enhanced resonance Raman scattering for quantitative DNA analysis. *Anal. Chem.* 2003; 76:412-17.

[8] Panigrahi S, Praharaj S, Basu S, Kumar S, Jana S, Pande S, Vo-Dinh T, Jiang H, Pal T. Self-Assembly of Silver Nanoparticles: Synthesis, Stabilization, Optical Properties, and Application in Surface-Enhanced Raman Scattering. *J. Phys. Chem. B.* 2006; 110:13436-44.

[9] Haes A, Zou S, Schatz G, Van Duyne R. Nanoscale optical biosensor: short range distance dependence of the localized surface plasmon resonance of noble metal nanoparticles. *J. Phys. Chem. B.* 2004; 108: 6961-68.

[10] Prikulis J, Svedberg F, Kall M. Optical spectroscopy of single trapped metal nanoparticles in solution. *Nano. Lett.* 2004; 4: 115-18.

[11] Shiraishi Y, Toshima N. Colloidal silver catalysts for oxidation of ethylene. *J. Mol. Catal. A: Chem.* 1999; 141:187-92.

[12] Pucek R, Kvítek L, Hrbáč J. Silver colloids - Methods of preparation and utilization. *Acta Universitatis Palackianae Olomucensis, Chemica.* 2004; 43:59-67.

[13] Wang D, Song C, Hu Z, Zhou X. Synthesis of silver nanoparticles with flake-like shapes. *Materials Letters.* 2005; 59:1760-63.

[14] Rosemary M, Pradeep T. Solvothermal synthesis of silver nanoparticles from thiolates. *Journal of Colloid and Interface Science.* 2003; 268:81-4.

[15] Gaddy G, Korchev A, McLain J, Slaten B, Steirgerwalt E. Light-Induced Formation of Silver Particles and Clusters in Crosslinked PVA/PAA Films. *J. Phys Chem B.* 2004; 108:14850-57.

[16] Guin D, Manorama S, Lavanya J, Singh S. Photoreduction of Silver on Bare and Colloidal TiO₂ Nanoparticles/ Nanotubes: Synthesis, Characterization, and Tested for Antibacterial Outcome. *J. Phys. Chem. C.* 2007; 111:13393-97.

- [17] Yin B, Ma H, Wang S, Chen S. Electrochemical synthesis of silver nanoparticles under protection of poly(N-vinylpyrrolidone). *J. Phys. Chem. B.* 2003; 107:8898-8904.
- [18] Starowicz M, Stypuła B, Banaś J. Electrochemical synthesis of silver nanoparticles, *Electrochemistry Communications.* 2006; 8:227-30.
- [19] Salkar R, Jeevanandam P, Aruna S, Koltypin Y, Gedanken A. The sonochemical preparation of amorphous silver nanoparticles. *J. Mater. Chem;* 1999. 9:1333-35.
- [20] Krklješ A, Marinović-Cincović M, Kacarevic-Popovic Z, Nedeljković J. Radiolytic synthesis and characterization of Ag-PVA nanocomposites. *European Polymer Journal.* 2007; 43:2171-76.
- [21] Temgire M., Joshi S., Optical and structural studies of silver nanoparticles, *Rad. Phys. Chem.* 2004. 71: 1039-1044.
- [22] Oh S, Byun B, Lee S, Choi S. Radiolytic Synthesis of Ag-Loaded Polystyrene(Ag-PS) Nanoparticles and Their Antimicrobial Efficiency Against *Staphylococcus aureus* and *Klebsiella pneumoniae*. *Macromolecular Research.* 2007; 15:285-90.
- [23] Taihua Li, Hyun Gyu Park, Seong-Ho Choi. γ -Irradiation-induced preparation of Ag and Au nanoparticles and their characterizations. *Materials Chemistry and Physics.* 2005; 105:325-30.
- [24] Doudna C, Bertino M, Pillalamarri S, Blum F, Tokuhiro A, Chattopadhyay S, Terry J. Radiolytic Synthesis of Bimetallic Nanoparticles with High Aspect Ratio. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 2003; 740: I11.2.
- [25] Yu H, Xu X, Chen X, Ly T, Zhang P, Jing X. Preparation and antibacterial effects of PVA-PVP hydrogels containing silver nanoparticles. *Journal of Applied Polymer Science.* 2007; 103:125-33.

Síntesis y caracterización de hidrogeles de alcohol polivinílico – polivinil pirrolidona obtenidos con radiación gamma

Julieta Cabrera¹, Angel Mondino², Eduardo Smolko², Julio Santiago^{3,4,*}

¹ Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima 25, Perú

² Comisión Nacional de Energía Atómica, Laboratorio de Polímeros, Centro Atómico Ezeiza, Argentina

³ Dirección de Investigación y desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Lima 41, Perú

⁴ Departamento de Química Orgánica, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Lima 1, Perú

Resumen

Se han obtenido hidrogeles de alcohol polivinílico (PVA) – polivinil pirrolidona (PVP) utilizando radiación gamma, 10-30 kGy. Las películas de PVP presentaron un grado de hinchamiento de mayor a las de PVA, 1600 y 350% respectivamente. En contraste las películas de PVA son las que llegan a su punto de saturación más rápido que las de PVP, siendo las de PVA-PVP las que presentan un hinchamiento bastante lento. Se logró obtener hidrogeles transparentes, con buena adhesividad y buenas propiedades mecánicas. Estas propiedades las hacen interesantes para aplicarlas como matriz polimérica en el tratamiento de lesiones a la piel.

Abstract

Hydrogels of poly(vinyl alcohol) (PVA) – poly(vinyl pyrrolidone) (PVP) has been obtained using gamma radiation, 10-30 kGy. The PVP films exhibit a greater swelling degree than those of PVA, 1600 and 350% respectively. In contrast the PVA films are those that arrive at their point of saturation faster than those from PVP, being those of PVA-PVP those that present a quite slow swelling. Transparent hydrogels with good adhesiveness and good mechanical properties were obtained. These properties show that these films have a good potential to be used as polymeric matrix in skin disordered treatment.

1 Introducción

Los hidrogeles constituyen una clase de biomateriales poliméricos de un amplio campo de aplicación, siendo su uso en el campo de la medicina y farmacia el más exitoso y promisorio. Una parte de este éxito está relacionado con algunas propiedades importantes que poseen, son blandos, elásticos e hidrofílicos pero insolubles en agua [1]. Tienen la capacidad de absorber grandes cantidades de agua hinchándose y aumentando considerablemente su volumen sin perder su forma hasta alcanzar un equilibrio de hinchamiento [2,3].

Los hidrogeles se preparan entrecruzando las cadenas de polímeros hidrofílicos por métodos químicos o físicos. El tipo de grupos funcionales que presentan los polímeros utilizados, la concentración de estos en la mezcla así como del método de entrecruzamiento utilizado, van a determinar sus propiedades y por tanto, su aplicación potencial [3-6].

El alcohol polivinílico (PVA) y la polivinil pirrolidona (PVP) son dos de los polímeros más utilizados en la preparación de esta clase de materiales [7,8]. Debido a su hidrofilia, no toxicidad y facilidad para formar complejos, estos hidrogeles se utilizan en medicina, en las industrias farmacéuticas y de alimentos [9,10].

Por otro lado el uso de radiaciones para la formación y modificación de hidrogeles para propósitos biomédicos tiene algunas ventajas sobre los métodos químicos de entrecruzamiento: a) permite fabricar un producto puro, no contaminado con los residuos de iniciadores tóxicos; b) el producto obtenido queda esterilizado en el mismo proceso de fabricación; y c) la aplicación de radiaciones ionizantes originadas de aceleradores de electrones o facilidades gamma es segura para el ser humano y el medio ambiente [11,12].

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

Existen numerosos trabajos sobre hidrogeles de PVA [13], PVP [14] y PVA-PVP [15-17] utilizando radiación gamma buscando la obtención de materiales con potencial uso en la curación de heridas. En este trabajo se evalúan las propiedades fisicoquímicas (grado de hinchamiento, transparencia) y las propiedades mecánicas de películas de PVA, PVP y PVA-PVP, obtenidas por radiación gamma. El objetivo de este estudio es encontrar las condiciones óptimas que nos permitan obtener películas de PVA-PVP con propiedades adecuadas para ser utilizados como apósitos en el tratamiento de lesiones graves a la piel. Este trabajo se justifica porque las propiedades de las películas dependen no solo de las características de la materia prima (peso molecular y grado de hidrólisis), sino también de la dosis de irradiación y la tasa de dosis aplicada. Finalmente estos materiales servirán de matriz para adicionar aditivos, orgánicos e inorgánicos, que potencien su actividad biológica.

2 Experimental

2.1 Materiales

Se trabajó con PVA de peso molecular 70-100 kDa con grado de hidrólisis 99% (Sigma-Aldrich), y PVP Kollidon K-90 de 1000-1500 kDa (BASF). Para ver el efecto del peso molecular también se utilizó un PVP de 40 kDa.

2.2 Preparación de las películas

Se prepararon soluciones acuosas de PVA y PVP a distintas concentraciones, entre 8 y 10%, las que fueron mezcladas en las siguientes proporciones de PVA/PVP: 25:75, 50:50 y 75:25. Se obtuvieron en total 45 muestras diferentes. Las diferentes mezclas se llenaron en recipientes de Poliestireno, fueron empaquetadas y selladas en bolsas de doble capa, impermeables al oxígeno, en atmósfera de N₂. Luego, las muestras fueron irradiadas a diferentes dosis, entre 10 y 30 kGy, con una tasa de dosis constante de 7,5kGy/h. Adicionalmente, soluciones de PVA y PVP fueron irradiados con rayos gamma a diferentes dosis, entre 10 y 30 kGy. En el caso del PVP de 40 kDa, se tuvo que irradiar hasta 40 kGy.

2.3 Determinación del grado de hinchamiento

Los hidrogeles obtenidos luego de la irradiación fueron enjuagados con agua destilada y secadas a temperatura ambiente. Trozos de la película formada de peso determinado, m_s , fueron sumergidos en un vaso de agua destilada a temperatura ambiente y pesadas cada cierto tiempo, m_h . El grado de hinchamiento se determinó según la siguiente fórmula:

$$GH(\%) = \frac{(m_h - m_s)}{m_s} \times 100$$

2.4 Caracterización química

La caracterización química de las películas de PVA, PVP y algunas mezclas PVA-PVP con y sin irradiación se realizó por espectroscopia de infrarrojo, FT-IR, se utilizó el equipo NICOLET modelo Impact 410.

2.5 Determinación de las propiedades mecánicas

Las muestras de hidrogel fueron ensayadas en un Tensiómetro 1122 Modelo INSTRON, con una carga de 0,5 kg y una velocidad de ensayo de 50mm/min. (Referencia Norma ASTM D412). Se prepararon probetas de formas rectangulares de 50 x 15mm y un espesor promedio de 2mm. Se ensayó un total de 5 probetas como mínimo por muestra.

3 Resultados y Discusión

3.1 Grado de hinchamiento

Hidrogeles PVA y PVP

Se irradiaron muestras de soluciones acuosas de PVA y PVP puros al 10% w/v a 15, 20 y 25 kGy. Las pruebas de hinchamiento mostraron que el PVA llega rápidamente a saturación, a penas a la primera hora, figura 1a, en cambio el PVP lo hace más lentamente pero, en cambio, alcanza un grado de hinchamiento casi tres veces mayor que el PVA luego de 5 horas, figura 1b. En general para ambos casos se observa una disminución del grado de hinchamiento con el incremento de la dosis, esto se debe a que el entrecruzamiento a altas dosis es mayor, reduciendo el espacio disponible para el agua.

Hidrogeles PVA-PVP

Basándose en las observaciones del grado de hinchamiento, pegajosidad (respecto al recipiente que lo contiene) y adhesividad a la piel de los 45 hidrogeles preparados, se determinó que las propiedades de pegajosidad y adhesión a la piel están en relación directa con el aumento de la concentración de PVA en la mezcla. Las películas con altas concentraciones de PVA y bajas dosis de radiación gamma presentan baja adhesión. Por su parte, el PVP ejerce un efecto rigidizante que aumenta con la dosis.

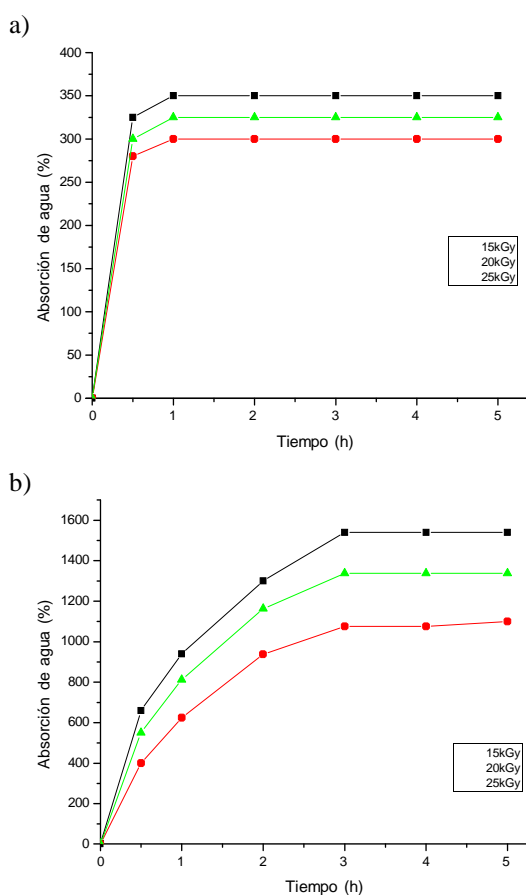


Figura 1: Curva de Absorción de Agua de hidrogeles secos de a) PVA al 10%, y b) PVP, a diferentes dosis.

Luego de esta primera selección, se vio también conveniente modificar las dosis a 15 y 25kGy resultando finalmente un lote de 9 muestras. Siguiendo el mismo criterio que en la primera selección, se escogieron como las más óptimas a 3 muestras:

A: PVA:PVP 25:75, con soluciones al 10% de PVA y PVP, a 15kGy.

B: PVA:PVP 50:50, con soluciones al 10% de PVA y PVP, a 25kGy.

C: PVA:PVP 50:50, con soluciones al 10% de PVA y 8% de PVP, a 25kGy.

El grado de hinchamiento de estos hidrogeles varía entre 500 (C) y 1100% (A), figura 2. La muestra que alcanza mayor grado de hinchamiento es aquella de mayor concentración de PVP y menor dosis de radiación gamma, hidrogel A. En cambio, el que contiene mayor concentración de PVA presenta un grado de hinchamiento menor.

De otro lado, se observó que en general la pegajosidad de las muestras obtenidas después de ser irradiadas era mucho mayor que cuando éstas perdían agua. En cambio, la resistencia al estiramiento aumentó, debido seguramente a un reordenamiento de la red polimérica sufrido en el proceso de secado y su posterior hinchado.

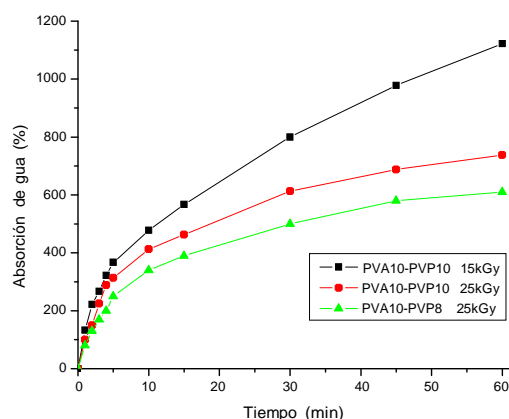


Figura 2: Curvas de Absorción de Agua o grado de hinchamiento de hidrogeles PVA-PVP.

3.2 Caracterización química de los hidrogeles

Las películas de PVA, PVP y de las mezclas de PVA/PVP, con o sin irradiación gamma, fueron estudiados por espectroscopia infrarroja. El espectro FT-IR de la película de PVA se caracteriza por una banda intensa a 1090cm^{-1} asociada al grupo $-\text{OH}$, mientras que la del PVP presenta una banda muy intensa a 1657cm^{-1} asociada al grupo carbonilo, figura 3.

Las interacciones específicas inter o intramoleculares juegan un papel muy importante en el comportamiento y propiedades de las macromoléculas. En el caso de los polímeros utilizados, ambos pueden formar enlaces de hidrógeno con las moléculas residuales de agua, pero cuando

mezclamos ambos polímeros adicionalmente pueden formarse enlaces de hidrógeno entre los grupos $-OH$ del PVA y los grupos carbonilo del PVP. Esta interacción se manifiesta por la aparición de una banda por 1567cm^{-1} . Sin embargo, cuando la proporción de PVP en la mezcla supera el 5% esta banda es ocultada por la intensa banda del grupo carbonilo del PVP [18].

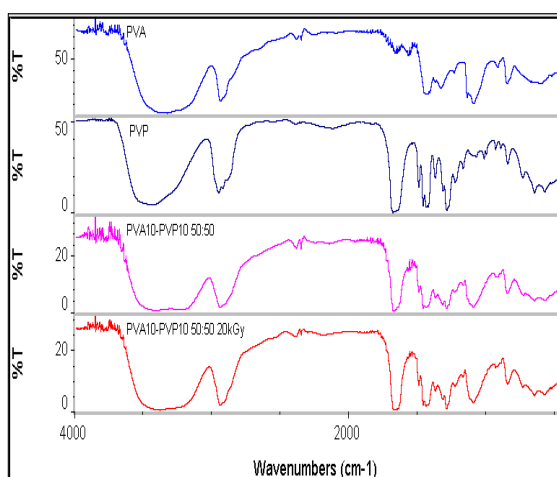


Figura 3: Espectros de PVA, PVP y mezclas PVA-PVP al 10% 50:50 con y sin irradiación.

3.3 Propiedades mecánicas

Hidrogeles PVA y PVP

Los valores medidos para la Tensión Máxima (T_{\max}), Tensión de Rotura (T_{rot}), Elongación a la Rotura (ϵ) y el Módulo de Elasticidad o Young (E), tabla 1, confirman las observaciones hechas a partir de sus mezclas estudiadas. El PVP es recomendable trabajarlo a bajas dosis y por el contrario el PVA es conveniente trabajarlo a altas dosis porque, como se ve en la tabla 1, las muestras se rigidizan con el incremento de la dosis, a tal grado que para el caso del PVP en 25kGy la muestra se tornó demasiado frágil, lo cual está representado por el alto valor del módulo de elasticidad, por otro lado el PVA únicamente fue posible ensayarlo a 25kGy ya que ya otras presentaban una mucosidad y pegajosidad excesiva que hizo imposible su manipulación, además, se puede ver que, aún a 25kGy la muestra de PVA presenta alta elasticidad en comparación con el PVP.

Hidrogeles PVA - PVP

Los hidrogeles obtenidos a partir de las mezclas PVA-PVP mostraron tener mejores

propiedades mecánicas, respecto a aquellos obtenidos individualmente para las muestras A y B, obteniéndose tensiones máximas entre 9 y 10kPa. Sin embargo, para la muestra C, que se compone de una concentración ligeramente mayor de PVA respecto al PVP, vemos que exhibe similares propiedades a las reportadas para el PVA, lo cual puede indicar una gran dependencia de las propiedades mecánicas con la concentración del polímero. Por otro, al igual que para los casos de los hidrogeles puros, podemos observar el efecto de la dosis en la rigidización del hidrogel. Con respecto a la elongación a la rotura, se observaron valores hasta diez veces mayores a los observados para un polímero puro, figura 4.

Tabla 1: Propiedades mecánicas de hidrogeles de PVA y PVP.

| Dosis (kGy) | PVP al 10% | | | |
|-------------|------------------|------------------------|----------------|-----------|
| | T_{\max} (kPa) | T_{rot} (kPa) | ϵ (%) | E (kPa) |
| 15 | 6 ± 1 | 5 ± 1 | 154 ± 47 | 7 ± 1 |
| 20 | 6 ± 2 | 5 ± 1 | 129 ± 80 | 7 ± 2 |
| 25 | 7 ± 2 | 7 ± 2 | 130 ± 24 | 14 ± 3 |
| PVA al 10% | | | | |
| 25 | 5 ± 1 | 3 ± 1 | 373 ± 111 | 4 ± 1 |

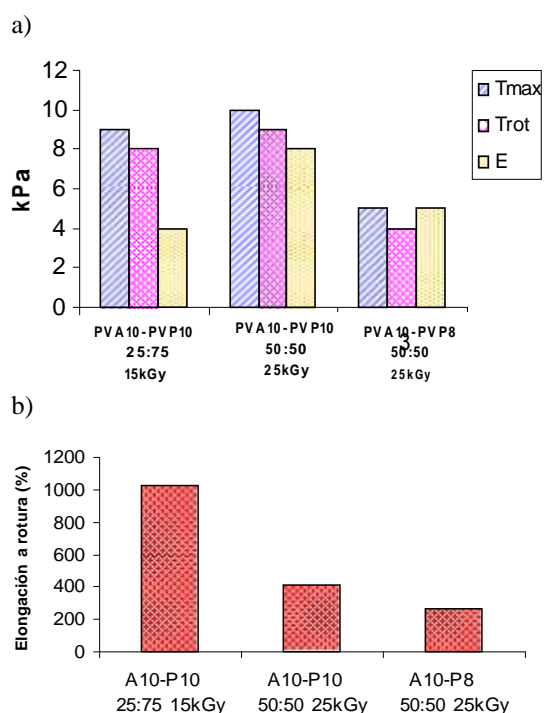


Figura 4: Propiedades Mecánicas de hidrogeles PVA-PVP a) Tensión máxima, tensión de rotura y módulo de Young b) Elongación a rotura.

3.4 Efecto del peso molecular

Se hicieron experimentos manteniendo el peso molecular del PVA casi constante y variando el del PVP. Al utilizar un PVP de 40kDa de peso molecular se obtuvieron materiales con características muy distintas. Por ejemplo, el PVP de 40 kDa gelifica solamente al irradiarlo entre 30 y 40 kGy, sin llegar nunca a conformar un gel firme, mientras que el de 1500 kDa forma hidrogeles desde 10 kGy.

Para el caso de las mezclas PVA/PVP se vio que cuando se utiliza PVP de 40 kDa ninguna gelifica a 10 kGy mientras que entre 20 y 30 kGy gelifican casi todas las mezclas, llegando a formarse en algunos casos geles firmes y fácilmente manipulables. En cambio, para PVP de 1500kDa todas las mezclas gelifican a partir de 10kGy, figura 5. Estas películas presentaron una buena adhesividad a la piel y una gran transparencia.

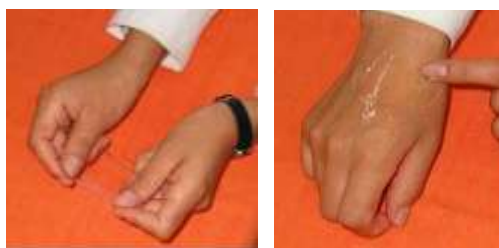


Figura 5: Hidrogel PVA-PVP obtenido en forma de película.

Para ambos polímeros, la gelificación parece ser independiente de la concentración, en cambio, el grado de hinchamiento parece depender de la dosis y la concentración, ya que para el PVA se vio que disminuye al aumentar la dosis pero aumenta al aumentar la concentración del polímero.

4 Conclusiones

Los hidrogeles obtenidos mostraron buena transparencia, adhesividad a la piel, grado de hinchamiento y propiedades mecánicas. A modo general podemos decir que, las características físicas y mecánicas del hidrogel resultante dependen de la dosis de radiación así como de la proporción del PVA y PVP, de modo que eligiendo una adecuada concentración de los polímeros en solución, proporción de cada uno en la mezcla y dosis de radiación es posible obtener un hidrogel con el comportamiento requerido para

aplicaciones tales como apósitos para heridas u otros.

5 Agradecimientos

A la CNEA, por haber financiado la capacitación de Julieta Cabrera y al grupo de Polímeros del Centro Atómico Ezeiza por el apoyo brindado para la realización de gran parte de este trabajo.

6 Bibliografía

- [1] Kim J, Lee K, Hefferan T, Currier B, Yaszemski M, Lu L. Synthesis and evaluation of novel biodegradable hydrogels based on poly(ethylene glycol) and sebacic acid as tissue engineering scaffolds, *Biomacromolecules*. 2008; 9:149-157.
- [2] Schacht E. Polymer chemistry and hydrogel systems, *Journal of Physics: Conference Series*. 2004; 3:22-28.
- [3] Richter A, Paschew G, Klatt S, Lienig J, Arndtand K, Adler H. Review on Hydrogel-based pH Sensors and Microsensors, *Sensors*. 2008; 8:561-581.
- [4] Jesorka A, Markström M, Karlsson M, Orwar O. Controlled Hydrogel Formation in the Internal Compartment of Giant Unilamellar Vesicles, *J. Phys. Chem. B*, 2005; 109:14759-14763.
- [5] Huh K, Cho Y, Chung H, Kwon I, Jeong S, Ooya T, Lee W, Sasaki S, Yui N. Supramolecular hydrogel formation based on inclusion complexation between poly(ethylene glycol)-modified chitosan and alpha-cyclodextrin. *Macromolecular Bioscience*. 2004; 4:92-99.
- [6] Haines L, Rajagopal K, Ozbas B, Salick D, Pochan D, Schneider J. Light-activated hydrogel formation via the triggered folding and self-assembly of a designed peptide, *Journal of the American Chemical Society*. 2005; 127:17025-17029.
- [7] Lakouraj M, Tajbakhsh M, Mokhtary M. Synthesis and Swelling Characterization of Cross-linked PVP/PVA Hydrogels. *Iranian Polymer Journal*. 2005; 14:1022-1030.
- [8] Lu J, Nguyen Q, Zhou J, Ping Z. Poly(vinyl alcohol)/poly(vinyl pyrrolidone) interpenetrating polymer network: Synthesis and pervaporation properties. *J. Appl. Polym. Sci*. 2003; 89:2808-2814.

- [9] Joshi A, Fussell G, Thomas J, Hsuan A, Lowman A, Karduna A, Vresilovic E, Barcolongo M. Functional compressive mechanics of a PVA/PVP nucleus pulposus replacement. *Biomaterials*. 2006; 27: 176-184.
- [10] Katta J, Marcolongo M, Lowman A, Mansmann K. Friction and wear characteristics of PVA/PVP hydrogels as synthetic articular cartilage, Bioengineering Conference, 2004. Proceedings of the IEEE 30th Annual Northeast. 2004; 142-143.
- [11] Rosiak J, Janik I, Kadlubowski S, Kozicki M, Kujawa P, Stasica P, Ulanski P. Radiation Formation of Hydrogels for Biomedical Applications. IAEA Report. 2002.
- [12] Rosiak J, Ulanski P, Pajewski L, Yoshii F, Makuuchi K. Radiation formation of Hydrogels for biomedical purposes. *Radiation Physics and Chemistry*. 1995; 46: 161-168.
- [13] Mondino A, Gonzáles M, Romero G, Smolko E. Physical properties of gamma irradiated poly(vinyl alcohol) hydrogel preparations. *Radiation Physics and Chemistry*. 1999; 55:723-726.
- [14] Baccaro S, Pajewski L, Scoccia G, Volpe R, Rosiak J. Mechanical properties of polyvinylpyrrolidone (PVP) undergoing radiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. 1995; 105: 100-102.
- [15] Zainuddin, Hill D, Strounina E, Whittaker A, Chirila T. The States, Diffusion, and Concentration Distribution of Water in Radiation-Formed PVA/PVP Hydrogels. *Soft Materials*. 2004; 2(2-3): 195-212.
- [16] Razzak MT, Darwis D, Sukirno, Zainuddin. Irradiation of polyvinyl alcohol and polyvinyl pyrrolidone blended hydrogel for wound dressing. *Radiation Physics and Chemistry*. 2001; 62(1):107-113.
- [17] Park K, Nho Y. Synthesis of PVA/PVP hydrogels having two-layer by radiation and their physical properties, *Radiation Physics and Chemistry*, 2003; 67: 361-365.
- [18] Cesteros L. Aplicaciones de la FTIR al estudio de las interacciones polímero-polímero. *Revista Iberoamericana de Polímeros*. 2004; 5:11-132.

Fotodegradación del azul de metileno con soles de TiO₂

Angel Ramos¹, Wilson Carhuapoma², Alcides López^{2,3}, Julio Santiago^{1,3,*}

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

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Túpac Amaru 210, Lima 25, Perú

³ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Se prepararon soles de nanopartículas de TiO₂ mediante el proceso de precipitación-peptización, a partir del isopropóxido de titanio en medio de ácido nítrico. Estos soles fueron caracterizados por microscopía electrónica de transmisión observándose nanopartículas esféricas de TiO₂ de fase broquita. La actividad fotocatalítica de estos soles fue determinada estudiando la fotodegradación del colorante Azul de metileno. El proceso se llevó a cabo con y sin burbujeo de aire, siendo más efectivo el último caso. Se determinó el pH y la concentración óptima del sol de TiO₂ para la fotodegradación del colorante.

Abstract

Sols of TiO₂ nanoparticles were prepared by precipitation-peptization process from titanium isopropoxide in nitric acid solution. These sols were characterized by transmission electron microscopy showing spherical brookite TiO₂ nanoparticles. The photocatalytic activity of these sols was studied with methylene blue dye. The process was carried out with and without air bubbling, and the last one was the most effective process. The optimal conditions, PH and concentration, of the TiO₂ sol for the dye photodegradation were determined.

1. Introducción

La contaminación del agua por efluentes de diversas industrias es un tema que preocupa a todo el mundo. Las técnicas avanzadas de oxidación están siendo muy estudiadas para tratar de mitigar el impacto ambiental causado por dichos efluentes. Dentro de estas técnicas, la fotocatalisis heterogénea es muy estudiada en diversas aplicaciones [1]. En muchos casos, el TiO₂ es el material utilizado por sus características inherentes. Existen numerosos trabajos de degradación de contaminantes en superficies de TiO₂ [1-8].

La mayoría de los sistemas utilizados son soluciones coloidales de TiO₂ y películas de TiO₂, obtenidas a partir de sistemas coloidales o *soles*, soportados en sustratos de vidrio o cerámicos por tratamiento térmico a elevadas temperaturas. Este último sistema es el más empleado para aplicaciones en fotocatalisis. Los *soles* de TiO₂ se obtienen por el método *sol gel* el cual involucra los siguientes pasos: i) Hidrólisis del precursor con formación de grupos OH terminales, ii) condensación por formación de uniones Ti-O-Ti con pérdida de agua, iii) condensación cruzada con formación de polímeros o partículas submicrométricas, iv) gelificación

con formación de una estructura tridimensional, v) deshidratación y densificación por calentamiento. Existen dos alternativas para el proceso de hidrólisis: i) hidrólisis controlada en medio alcohólico con cantidades estequiométricas o sub estequiométricas de agua, que da lugar a la formación de polímeros inorgánicos [2-3], ii) hidrólisis con un exceso de agua seguida de peptización en medio ácido o básico que da lugar a partículas submicrométricas [4-5]. El tamaño de partícula y las características depende de las condiciones de síntesis del *sol*. La obtención de soles transparentes evidencia la presencia de partículas de tamaño nanométrico.

Existen numerosos métodos para la obtención de soles transparentes [6-9], pero muy pocos acerca de su actividad fotocatalítica [10-12]. La ventaja que tiene este sistema es que puede ampliar su rango de aplicación, ya que a diferencia de las nanopartículas soportadas, el sol permite el paso de luz posibilitando un incremento de su actividad fotocatalítica, en cambio tiene la desventaja de incluir una etapa adicional en el proceso de descontaminación para su recuperación.

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

Numerosos estudios han demostrado que la adsorción de compuestos químicos en la superficie de semiconductores sigue la isoterma de adsorción de Langmuir. También se ha observado que la velocidad de degradación de compuestos químicos por fotocatalisis heterogénea sigue el modelo cinético de Langmuir-Hinshelwood. En el caso de los soles de TiO_2 se establece un sistema de fotocatalisis homogénea; sin embargo, es un campo en el que modelo cinético aun no está bien definido.

En este trabajo se estudia los parámetros que influyen la preparación de soles de TiO_2 y se evalúa la acción fotocatalítica del sol con mejores características frente al colorante azul de metileno.

2. Experimental

Preparación de los soles de TiO_2

A 45 mL de agua se adicionó 0,45 mL de ácido nítrico cc. (Merck), luego bajo agitación se agregó gota a gota 3,75 mL de isopropóxido de titanio (Aldrich), y se dejó bajo agitación vigorosa a temperatura ambiente por 48 h hasta obtener una solución transparente ligeramente azulada. Las nanopartículas obtenidas por evaporación de los soles fueron estudiadas en un microscopio electrónico de transmisión (MET) Philips EM 400 operando, en sus formas imagen y difracción de electrones de área selecta, a 80 kV.

Fotodegradación de azul de metileno

Los ensayos para determinar la concentración óptima de *sol* y las mejores condiciones de pH para la fotocatalisis, se llevaron a cabo en viales de vidrio borosilicato. Se trabajó con 20 mL como volumen final de la mezcla conteniendo azul de metileno (5 ppm), *Sol* TiO_2 a diferentes concentraciones y agua bidestilada. Los recipientes utilizados se sumergieron en agua hasta la medida del contenido de cada envase, para evitar pérdida de solución por evaporación. La irradiación (lámpara Ultravitalux de 300W, Osram) de las soluciones se iniciaron minutos después de encendida la lámpara, para obtener radiación constante. La lámpara se colocó a 30cm de la superficie de la solución a tratar. El burbujeo de aire en las soluciones se inició junto con la irradiación de las mismas.

La cuantificación de la decoloración de la solución de azul de metileno, tanto de las muestras como de los blancos, se realizó

midiendo la absorbancia de la solución en cada intervalo de tiempo establecido utilizando un espectrofotómetro Biochrom Libra S22.

3. Resultados y Discusión

Preparación del Sol

El sol obtenido presenta pH ~ 1 , coloración transparente ligeramente azulada. Algunas partículas presentes en las paredes del matraz fueron retiradas filtrando la solución en papel Wathman # 42. La imagen MET de dicho coloide muestra una dispersión homogénea de pequeñas partículas aglomeradas de tamaño aprox. menor a 20 nm (ver Figura 1). No se ha podido realizar una medida más exacta debido a las limitaciones del equipo utilizado. El patrón de electrones permite obtener las distancias interplanares presentes en dicha partículas. La correlación de estas distancias con la base de datos del JCPDS [13] permite la identificación de las fases de TiO_2 presentes en el coloide. La Tabla 1 muestra que casi todas las distancias interplanares coinciden con las características de la fase broquita.

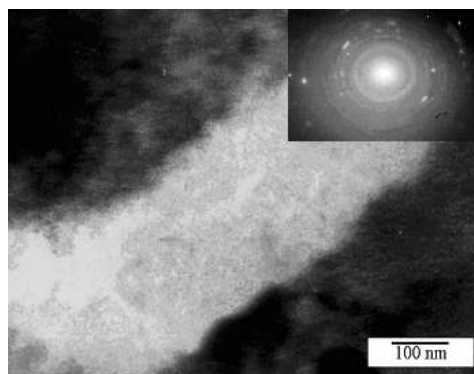


Figura 1: Micrografía MET del sol de TiO_2 con su patrón de difracción de electrones de la zona blanquecina.

Adicionalmente, se prepararon soles variando el tiempo de peptización a 24 h y 72 h, en ambos casos los soles presentaban partículas de distintos tamaños, que llegaban a los 100nm. Un tiempo corto de peptización genera tamaños de partículas variados debido a que no todo el precipitado se ha dispersado y pasado a la fase sol y un excesivo tiempo puede conducir a que las partículas se aglomeren. Es necesario controlar el pH ya que al cambiar la carga superficial de las partículas pueden cambiar la morfología y fase de formación de las mismas.

Tabla 1: Distancias interplanares del coloide y su respectiva equivalencia con las fases encontradas en la base de datos JCPDS [13].

| Distancias / Å | Fases del JCPDS |
|----------------|-----------------|
| 4,15385 | TiO |
| 2,93223 | B |
| 2,47525 | A, B, R |
| 2,14150 | B, R |
| 1,98529 | B |
| 1,76424 | B |

Actividad fotocatalítica del Sol

La Figura 2 muestra que el azul de metileno se degrada casi por completo al irradiar con luz UV una mezcla de este colorante con un sol de TiO₂ en agua, 0,0744 mol Ti L⁻¹. Se observa que el λ_{max} de cada curva sufre un ligero desplazamiento hacia longitudes de onda menores, desde 663 hasta 650 nm.

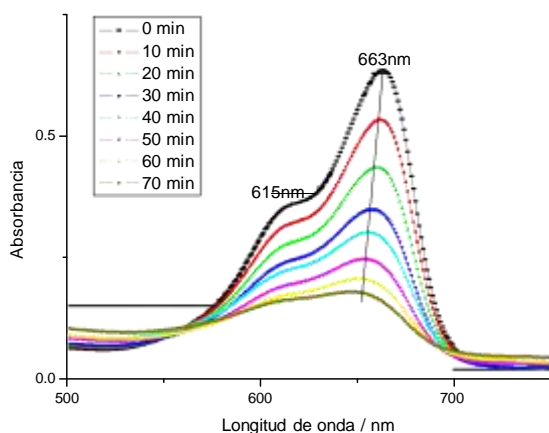


Figura 2: Espectros de absorción de la solución de azul de metileno (5 ppm) en contacto con un sol de TiO₂ y UV, en función del tiempo.

Concentración Óptima de Sol

El efecto de la concentración de *sol* necesario para decolorar la solución de azul de metileno se estableció de acuerdo con la velocidad inicial de decoloración y también considerando el porcentaje de decoloración en un mismo período de tiempo.

La Figura 3 muestra que la concentración óptima para obtener la mayor velocidad de degradación luego de 60 min de irradiación (V_{60}) es $7,44 \times 10^{-2}$ mol Ti L⁻¹. Esto se corrobora en la Figura 4 al comparar el grado de degradación del colorante en función de la concentración. Es probable que por encima de la concentración óptima del *Sol* ocurra apantallamiento entre partículas de TiO₂, evitando que la luz llegue a todas al mismo

tiempo, disminuyendo la eficiencia de la fotocatalisis.

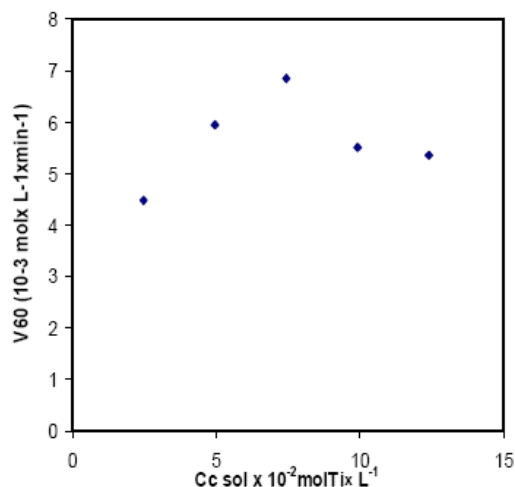


Figura 3: Efecto de concentración del *sol* en la velocidad de degradación del azul de metileno, luego de 60 min de irradiación.

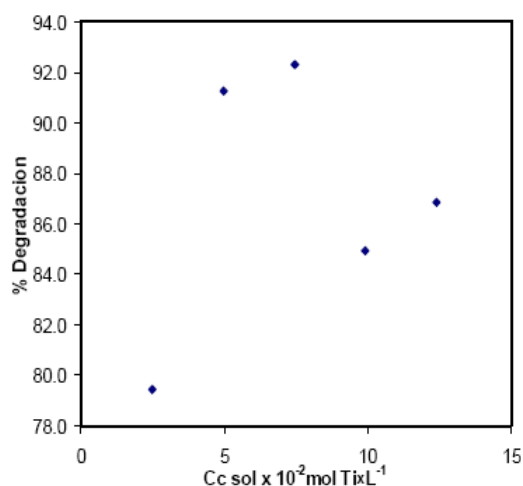


Figura 4: Efecto de la concentración de *Sol* en el % de fotodegradación del azul de metileno luego de 130 minutos de irradiación.

Efecto del pH

En la Figura 5 se presenta la velocidad inicial de decoloración del azul de metileno luego de 10 min, V_{10} , de irradiación. Se observa que a pH igual a 1 se produce la mayor velocidad inicial de decoloración del azul de metileno. Luego decae abruptamente, de $1,8$ a $0,2 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹.min⁻¹, y se incrementa ligeramente desde pH 1,5 hasta 4 ($0,6 \times 10^{-2}$ mol.L⁻¹.min⁻¹). No se pudo evaluar la actividad fotocatalítica a mayores pH debido a que empezaron a aparecer precipitados. Este comportamiento es normal pues se sabe que la estabilidad del

Sol de TiO_2 depende del pH. La carga superficial positiva o negativa de las partículas promueven la precipitación del TiO_2 en forma de flóculos.

En un trabajo similar, se encontró que el pH óptimo era de 4,2; pero los autores solo evaluaron en el rango de pH de 2 a 5 [8].

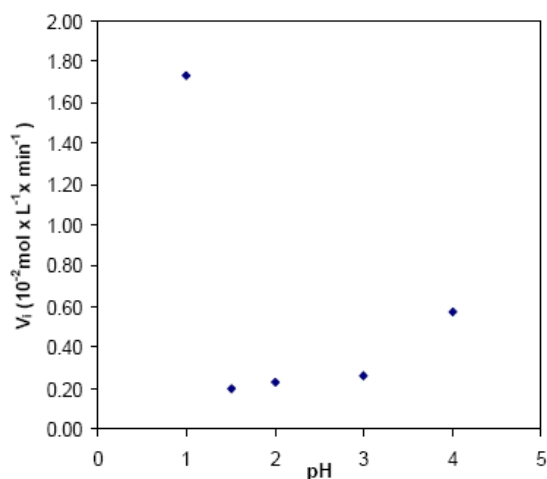


Figura 5: Efecto del pH en la velocidad inicial, V_{10} , de decoloración del azul de metileno. Concentración del Sol $7.44 \times 10^{-2} \text{ mol Ti L}^{-1}$.

El efecto del burbujeo de aire

Se evaluó el efecto del burbujeo de aire y de la agitación en la velocidad de decoloración del azul de metileno. Se observó cuando se realiza la fotocatalisis con agitación (CA) de la solución y con burbujeo (CB) de aire se obtiene la menor velocidad de degradación, Figura 6. En cambio, cuando se realiza el ensayo sin burbujeo (SB) y sin agitación (SA) la velocidad de decoloración es mayor, sin embargo la diferencia no es significativa. La concentración del Sol y del azul de metileno fue $7,44 \times 10^{-2} \text{ mol Ti L}^{-1}$ y 5ppm, respectivamente.

Los datos encontrados encajan muy bien en el modelo cinético de Langmuir – Hinshelwood [14], en el que las especies que reaccionan son adsorbidas en la superficie del catalizador. De acuerdo con los datos obtenidos, Figura 7, los valores de R^2 son cercanos a 1. También se muestra que los porcentajes de decoloración en los tres casos son mayores cuando se burbujea aire y se agita la solución.

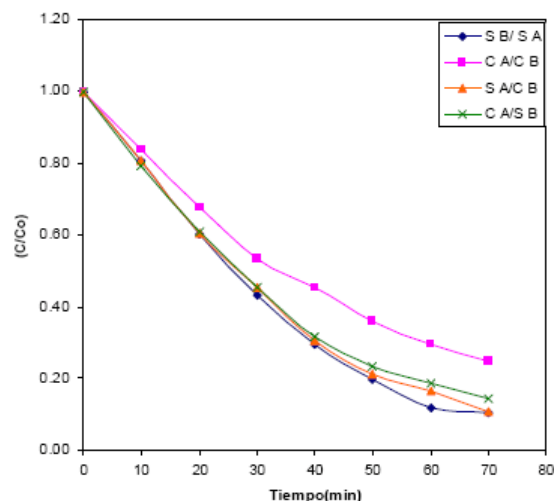


Figura 6: Efecto del burbujeo y agitación en la velocidad inicial de decoloración del azul de metileno.

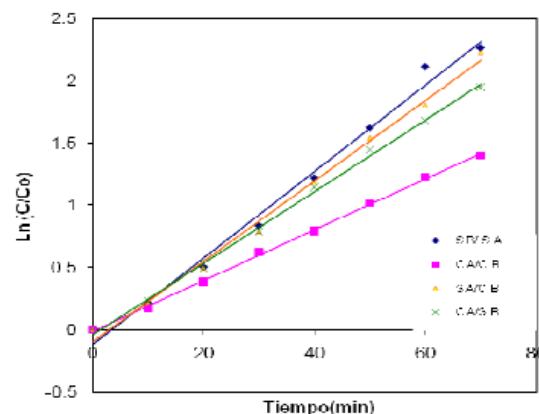


Figura 7: Relación lineal del gráfico $\text{Ln}(C/C_0)$ vs tiempo.

4. Conclusiones

El Sol de TiO_2 preparado a partir del precursor isopropóxido de titanio, presenta homogeneidad en la distribución de tamaño de partícula a nivel nanométrico, predominando la fase broquita. La actividad fotocatalítica del sol depende de su concentración en la mezcla, del pH y del burbujeo de aire. El porcentaje de degradación obtenido en un tiempo de irradiación de 70 min es 89%. La cinética de reacción se ajusta a un pseudo 1^{er} Orden, siendo el valor de R^2 mas bajo para el caso sin agitación y con burbujeo de aire, 0,992.

5. Bibliografía

[1] Rajeshwar K, Chenthamarakshan C, Goeringer S, Djukic M. Titania-based heterogeneous photocatalysis. Materials, mechanistic issues, and implications for

- environmental remediation, *Pure Appl. Chem.* 2001; 73:1849-60.
- [2] Yoldas B. Hydrolysis of titanium alkoxide and effects of hydrolytic polycondensation parameters. *J Mater. Sci.* 1986; 21:1087-92.
- [3] Xu Q, Anderson M. Sol-Gel Route to Synthesis of Microporous Ceramic Membranes: Preparation and Characterization of Microporous TiO₂ and ZrO₂ Xerogels. *J. Am. Ceram. Soc.* 1994; 77:1939-45.
- [4] Xu Q, Anderson MA. Synthesis of porosity controlled ceramic membranes. *J. Mater. Res.* 1991; 6:1073-81.
- [5] Bischoff B, Anderson M. Peptization Process in the Sol-Gel Preparation of Porous Anatase (TiO₂). *Chem. Mater.* 1995; 7:1772-81.
- [6] Mahltig B, Gutmann E, Meyer D, Reibold M, Dresler B, Günther K, Faßler D, Böttcher H. Solvothermal preparation of metallized titania sols for photocatalytic and antimicrobial coatings. *J. Mater. Chem.* 2007; 17:2367-74.
- [7] Hsu J, Nacu A. On the Factors Influencing the Preparation of Nanosized Titania Sols. *Langmuir.* 2003; 19:4448-54.
- [8] Ginzberg B, Bilmes S. Titania sols and gels synthesized from reverse micelles. *Progress in Colloid and Polymer Science.* 1996; 102:51-6.
- [9] So W, Kim K, Lee J, Moon S. Manufacture of Dye Sensitized Solar Cell Using Titania Sol Prepared at Room Temperature by the Sol-Gel Method, *Jpn. J. Appl. Phys.* 2004; 43:1231-35.
- [10] Sayilkan F, Asilturk M, Erdemoglu S, Akarsu M, Sayilkan H, Erdemoglu M, Arpac E. Characterization and photocatalytic properties of TiO₂-nanosols synthesized by hydrothermal process at low temperature. *Matter. Lett.* 2006; 60:230-35.
- [11] Ban T, Kondoh S, Ohya T, Takahashi Y. Photocatalysis of a transparent titanate aqueous sol prepared from titanium tetraisopropoxide and tetramethylammonium hydroxide. *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.* 2003; 156:219-25.
- [12] Yamazaki S, Nakamura N. Photocatalytic reactivity of transparent sols prepared by peptization of titanium tetraisopropoxide, *J. Photochem. Photobiol. A: Chem.* 2008; 193:65-71.
- [13] Joint Committee on Powder Diffraction Standards, Powder Diffraction File, International Center for Diffraction Data, Swarthmore, PA, 1995.
- [14] Nieto F, Ramirez A, Velasco A, Riccardo J, Zgrablich G. Catalytic activity of a Langmuir-Hinshelwood reaction with surface reconstruction. *J. Phys.: Condens. Matter.* 1993; 5:A235-A236.

Simulación con el método de dinámica molecular de los procesos de nucleación y crecimiento de las nanopartículas de Ag a partir de la fase gaseosa

Justo Rojas^{1,2,*}, Iván Lobato¹

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá N° 1470, Lima 41, Perú

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

Resumen

El método de Dinámica Molecular fue aplicado al estudio de la nucleación y crecimiento de los clusters de Ag a partir de la fase gaseosa. Mediante el uso del potencial de interacción Tight-Binding SMA se estudia las propiedades energéticas y la cinética de formación de las partículas a diferentes densidades y temperaturas del sistema. Se estudia además la estructura y mecanismos de crecimiento de las nanopartículas de Ag durante el proceso de enfriamiento ultrarápido del gas. Se ha observado que la tasa de formación y tamaño promedio de las nanopartículas depende principalmente de la densidad del gas y en menor medida de la temperatura. La estructura de las nanopartículas de Ag luego del enfriamiento es más amorfa en la parte central e indicios de cristalinidad en las partes superficiales.

Abstract

Molecular Dynamics was applied to the study of the nucleation and growth of Ag clusters from the gas phase. Using the Tight-Binding SMA interatomic potential, the energetic properties and the nucleation kinetic under different densities and temperatures for the system has been studied. It also studied the structure of silver clusters, growth mechanism and the particle size distribution during the ultrafast cooling process. It has been found that the nucleation rate and average size of nanoparticles mainly depends on the density of gas and to a lesser extent on the temperature. The structure of Ag nanoparticles after cooling is amorphous like in the core and with evidence of crystallinity at surface.

1. Introducción

Los materiales con dimensiones nanométricas en una, dos o tres dimensiones poseen propiedades físicas, químicas y catalíticas únicas que no poseen los materiales sólidos ni los compuestos moleculares [1,2]. Los materiales nanoparticulados de platay nanocompósitos poliméricas, nanopartículas inorgánicas dispersados en una matriz orgánica de polímero, son de especial interes por sus potenciales aplicaciones desde la electrónica hasta la medicina [3-5]. Las propiedades peculiares y fascinantes de los nanomateriales dependen del tamaño de las partículas, de la distancia entre las mismas y de su morfología, de tal manera que la influencia de los diversos factores y condiciones en la preparación controlada de los nanomateriales es muy importante y significativa. Para la obtención experimental de nanomateriales se han desarrollado diferentes métodos tanto químicos como físicos [6]. Las técnicas que involucran la acción de las radiaciones como los electrones y rayos gamma en la obtención de nanocompósitos poliméricas son muy promisorias debido a la relativa facilidad del

arreglo experimental. Para entender los mecanismos de formación y crecimiento de las nanopartículas dentro de la matriz polimérica es necesario estudiar con mayor detalle los diversos aspectos de la formación y posibles transiciones de fases y formas de las nanopartículas a partir de la fase gaseosa.

Las investigaciones experimentales de los fenómenos de formación de las partículas a escalas nanométricas están relacionados con serias dificultades tanto metodológicas como instrumentales. En este sentido el método de Dinámica Molecular (DM) es una herramienta muy útil para estudiar en detalle los fenómenos a nivel nanométrico. En el modelamiento y simulación contemporánea mediante la DM de sistemas metálicos como la plata comúnmente se utilizan los esquemas de potenciales empíricos de muchos cuerpos basados en funcionales pares, tales como el potencial basado en el modelo del átomo insertado (EAM) [7], y Tight-Binding [8,9].

* Correspondencia autor: jrojas@ipen.gob.pe

2. Metodología

Para la simulación con el método de DM el potencial de interacción entre los átomos juega un papel primordial. En el presente trabajo se utiliza el potencial Tight-Binding basado en el segundo momento de aproximación TB SMA desarrollado por F. Cleri y V. Rosato [8]. En esta aproximación, el término atractivo del potencial de muchos cuerpos que deriva de la banda de energías, se expresa como,

$$E_n^b = -\left\{ \sum_{m, r_{nm}} \xi^2 \exp\left[-2q\left(\frac{r_{nm}}{r_0} - 1\right)\right] \right\}^{1/2}$$

La estabilidad del sistema se asegura con el término repulsivo del tipo Born-Mayer, que tiene la forma,

$$E_n^r = \sum_{m, r_{nm}} A \exp\left[-p\left(\frac{r_{nm}}{r_0} - 1\right)\right]$$

La energía total se expresa como la suma de ambos términos,

$$E_n = E_n^b + E_n^r$$

En las fórmulas r_{nm} es la distancia entre los átomos n y m ; r_c es la distancia de corte y r_0 es la distancia entre los primeros vecinos. Los parámetros se ajustan a partir de la energía de cohesión, parámetro de red y constantes elásticas del bulk.

2.1 Detalles de simulación

El sistema para el estudio de los procesos de formación y crecimiento de nanopartículas a partir de la fase gaseosa consiste de $N = 2941$ y 3456 átomos de plata, distribuidos en una caja de simulación de forma cúbica con lado L . Los diferentes valores de densidades de partículas ($n=N/V$) se obtienen variando el lado de la caja. La simulación se realiza en condiciones de temperatura y volumen constantes, es decir en el marco del ensemble NVT. El paso del tiempo de integración numérica de las ecuaciones de movimiento fue de 4×10^{-16} s (0.4 fs). Con la finalidad de minimizar los efectos de superficie se utilizan las condiciones de frontera periódicas en las 3 direcciones.

Inicialmente los N átomos se distribuyen en los nudos de una red cubica centrada en las

caras (fcc), comunicando velocidades iniciales de acuerdo con la distribución de Maxwell, correspondiente a la temperatura requerida. Las temperaturas del gas, a las cuales se ha estudiado, fueron superiores a la temperatura de ebullición de la plata, igual a 2485 K. La distribución típica de los átomos en el estado inicial, equilibrado durante 50,000 pasos (5 ps) se muestra en la Fig. 1, correspondiente a la densidad $n= 1.232 \text{ nm}^{-3}$ ($\rho = 0.214 \text{ gr/cm}^3$) y temperatura $T=2500 \text{ K}$.

La simulación se realiza en 2 etapas. La primera etapa se realiza en condiciones isotérmicas con la finalidad de analizar los procesos de nucleación y aglomeración. En la siguiente etapa se hace un enfriamiento programado hasta 300 K con diferentes velocidades de enfriamiento. El enfriamiento se realiza de la siguiente manera. Se escala las velocidades de todas los átomos por un factor para obtener la nueva temperatura ($T - dT$), luego, manteniendo esta temperatura constante se hace correr el programa durante 10,000 pasos para lograr el equilibrio, se guardan los datos; luego se procede a bajar la temperatura al siguiente valor. Este procedimiento se repite hasta llegar a $T = 300 \text{ K}$.

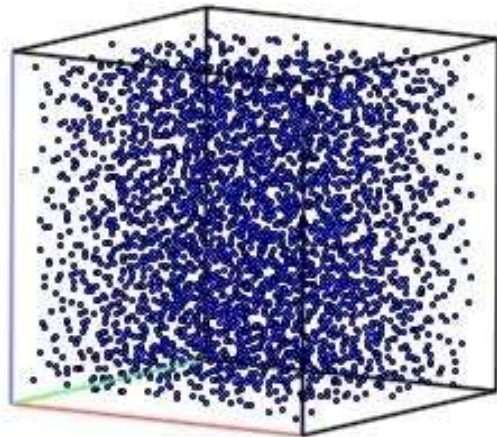


Figura 1: Configuración inicial típica de $N = 3456$ átomos de Ag en la fase gaseosa dentro de la caja cubica de simulación de lado $L=14.1 \text{ nm}$.

2.2 Cálculo de la función de distribución par

La función de distribución par (pdf), $g(r)$, es considerada como uno de los parámetros más importantes que se usa en la descripción y caracterización de la estructura de los líquidos y materiales amorfos. La definición es,

$$g(r) = \frac{V}{N} \left\langle \frac{\sum n_i(r)}{4\pi r^2 \Delta r} \right\rangle$$

donde $g(r)$ es la probabilidad de encontrar otro átomo a la distancia entre r y $r + dr$ alrededor del átomo tomado como centro, N es el número de átomos en la caja con volumen V , n_i es el número de átomos que se encuentran en la capa esférica con radio entre r y $r+dr$, Δr es el paso espacial de cálculo de la función.

3. Resultados y Discusión

3.1 Nucleación

Sobre los procesos de nucleación, aglomeración y posterior crecimiento de partículas influyen varios factores, tales como la temperatura del gas y su densidad. Antes de realizar el enfriamiento, para lograr la sobresaturación, se deja que el sistema evolucione en condiciones isotérmicas a temperatura T inicial durante 80 ps.

Tabla 1: Formación de partículas con diferentes cantidades de vecinos en el sistema de $N=3456$ átomos de plata a temperatura $T = 2800$ K.

| Tiempo(ps) | 2 | 5 | 8 | 12 |
|------------|-----|-----|-----|----|
| 4 | 927 | 54 | 0 | 0 |
| 12 | 919 | 186 | 13 | 0 |
| 20 | 753 | 295 | 37 | 1 |
| 28 | 701 | 395 | 86 | 1 |
| 36 | 630 | 409 | 115 | 4 |
| 60 | 435 | 474 | 187 | 11 |

Debido a la fluctuación de la densidad local de los átomos se forman pequeños clusters. Para identificar los clusters se utiliza el criterio de Stillinger [10]. De acuerdo con este criterio los átomos se consideran que forman un cluster si se encuentran a una distancia menor que cierta distancia característica. En el presente trabajo el valor tomado de la distancia característica para la plata es de 0.348 nm, esta distancia es aproximadamente igual a la semisuma de las distancias de las dos primeras esferas de coordinación en la red fcc.

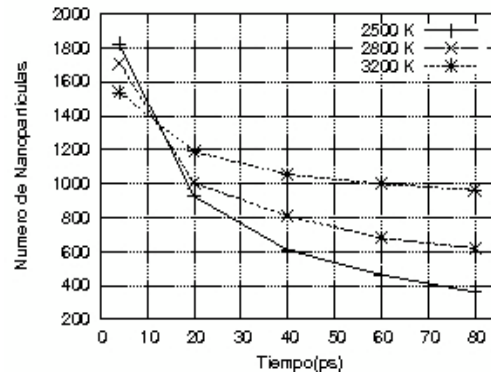


Figura 2: Variación del número de clusters con el tiempo en condiciones isotérmicas, $N=3456$.

En la Tabla 1 se muestra la variación del número de clusters que tienen cierta cantidad de átomos (2, 5, 8 y 12) en los diferentes instantes de tiempo durante la evolución del sistema de 3456 átomos de Ag en condiciones isotérmicas a $T=2800$ K. Por ejemplo, en el instante de tiempo 12 ps se tiene 919 dímeros, 186 clusters de 5 átomos, 13 de 8 átomos y el resto de átomos se encuentran en forma de monómeros. Mientras que la Figura 2 muestra en general el número de clusters o nanopartículas que se forman a medida que evoluciona el sistema de $N=3456$ de densidad 1.232 nm^{-3} .

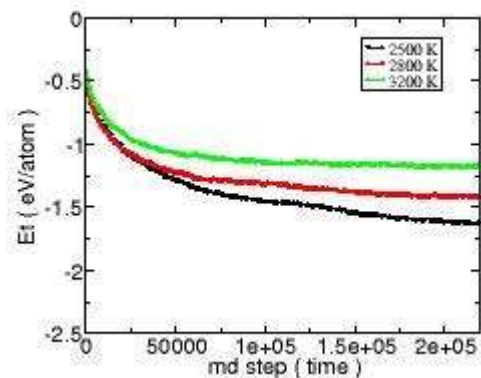


Figura 3: Variación de la energía total con el tiempo de $N=3456$ y $N/V= 1.232 \text{ nm}^{-3}$ átomos de Ag a 3 diferentes temperaturas del gas.

La formación de clusters se manifiesta en la variación de la energía total y potencial del sistema. Como se aprecia de la Fig 3, la energía total del sistema disminuye con el tiempo. La figura también muestra que a menor temperatura la disminución de la energía es mayor. La temperatura 2500 K es cercana a la temperatura de ebullición de Ag.

Es claro que la formación de clusters a temperaturas altas es dinámica, es decir que

en cierto instante debido a la fluctuación de la densidad se forma en cierta región del espacio y luego puede disminuir su tamaño o desaparecer completamente si el cluster es inestable o no ha alcanzado el tamaño crítico.

El carácter dinámico de la formación de los clusters se evidencia en la Figura 4, en donde se muestra los detalles de variación en condiciones isotérmicas de la energía de enlace del sistema formado por $N=3456$ átomos de Ag. Se puede apreciar que en ciertos instantes se producen aumentos, pequeños en magnitud pero que son mayores que el resultado de la simple fluctuación, que están relacionados con la disolución de un cluster en un lugar.

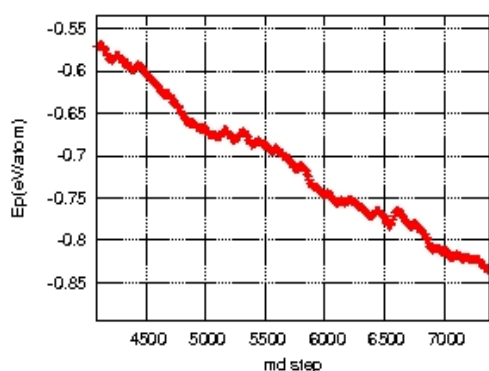


Figura 4: Variación de la energía potencial respecto al tiempo del sistema de $N=3456$ átomos de Ag y densidad 1.232 nm^{-3} a temperatura 2800K.

La tendencia general de la energía de cohesión es de disminución, principalmente en los primeros instantes de tiempo, luego se hace casi constante. El tiempo de establecimiento del equilibrio dinámico es menor cuanto más alta es la temperatura (ver Fig. 3).

3.2 Proceso de enfriamiento

La siguiente etapa de estudio consiste en el enfriamiento del sistema a partir de diferentes temperaturas hasta aproximadamente 300K.

En la Figura 5 se muestra el comportamiento de la energía cinética media, que es proporcional a la temperatura del sistema, con el tiempo para el caso de $N=3456$. La temperatura se disminuyó en 500K, se deja correr durante 8 ps para lograr el equilibrio. De esta manera se obtiene una velocidad de enfriamiento de $6.25 \cdot 10^{13} \text{ K/s}$.

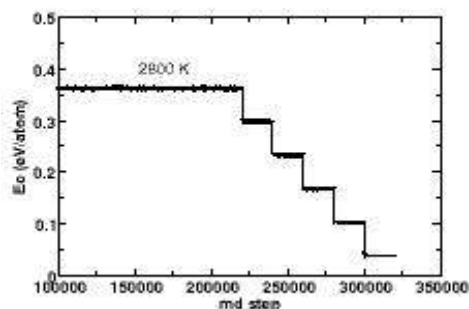


Figura.5: Variación de la energía cinética media con el tiempo para el sistema de $N=3456$ y temperatura inicial de 2800K.

La Figura 6 ilustra la distribución de los átomos en cuatro instantes de tiempo (0,60,140 y 180 ps) luego del inicio del enfriamiento, correspondientes a 4 valores de temperatura del sistema de $N=3456$ átomos de Ag enfriados a partir de 2500K con velocidad de enfriamiento igual a $1.25 \cdot 10^{13} \text{ K/s}$.

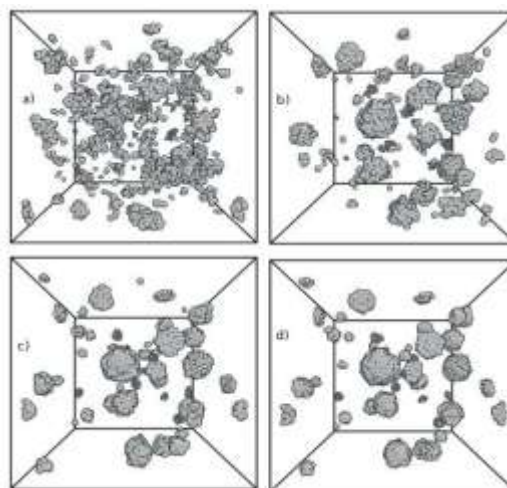


Figura 6: Tomas instantáneas de la evolución de los clusters durante el enfriamiento con velocidad $1.25 \cdot 10^{13} \text{ K/s}$: a) 2500K, b) 1750K, c) 750K, d) 250K.

De una manera análoga en la Figura 7 se muestra las configuraciones del mismo sistema de $N=3456$ y densidad atómica 1.232 nm^{-3} enfriadas a partir de la temperatura inicial de 2800K.

Del análisis de los datos obtenidos durante el enfriamiento a diferentes condiciones se observa que en los instantes iniciales los clusters de tamaño crítico, es decir aquellos cuyo crecimiento es termodinámicamente favorable, crecen principalmente mediante la adición de átomos en la superficie. Durante la nucleación y crecimiento superficial de los

clusters la sobre saturación disminuye debido a la disminución de los monómeros. A partir de cierta etapa el crecimiento del cluster es dominado por los procesos de colisión entre los mismos y la coalescencia. La colisión entre clusters es un proceso estocástico y no está controlada por la termodinámica como en el caso de crecimiento superficial.

En cuanto a la morfología y forma externa, los clusters son bastante cercanos a la forma esférica, principalmente en las etapas intermedia de crecimiento superficial. Cuando predomina el crecimiento por procesos de colisión y aglomeración la forma del nuevo cluster no es esférica, pero con el tiempo tiende a tomar la forma esférica.

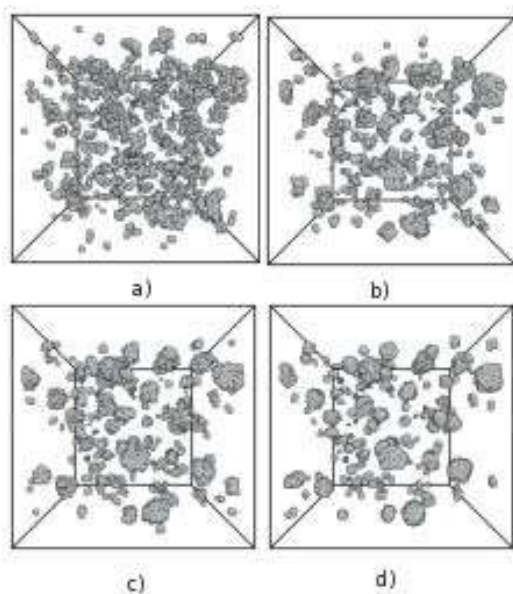


Figura 7: Tomas instantáneas durante el enfriamiento con $v=6.25 \times 10^{13}$ K/s, a) 2800, b) 1800, c) 800 y d) 300K.

La función de distribución par $g(r)$ nos da una información cuantitativa más completa acerca de la estructura y distribución de los átomos tanto en estado amorfo como cristalino. En la Figura 8 se muestra la función de distribución par del sistema de $N=3456$ átomos de Ag, correspondientes a diferentes instantes de tiempo (y diferentes temperaturas) enfriados a partir de 2800K con una velocidad de 6.25×10^{13} K/s. La estructura de los clusters al comienzo del enfriamiento ($T = 2800$ K, símbolos rojos en la gráfica) es completamente amorfa, es decir semejante a la estructura del líquido. A medida que disminuye la temperatura la altura del primer pico crece y su ancho disminuye, lo cual significa que la probabilidad de encontrar un átomo a la distancia aproximadamente de 0.369 nm aumenta. A temperatura de 300K

empiezan a formarse 2 picos adicionales, indicando la presencia de cierto grado de cristalinidad. Bajo las condiciones en las que se han estudiado el sistema, principalmente por las altas velocidades de enfriamiento, no se observan los típicos picos o líneas correspondientes a las estructuras de clusters de tipo fcc o de diversos poliedros [11], los cuales si se observan luego del enfriamiento lento u optimización de las nanopartículas [12].

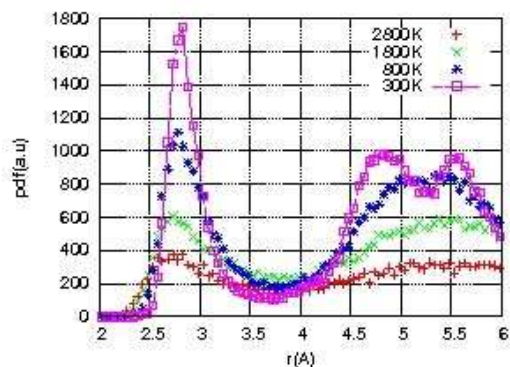


Figura 8: Función de distribución par del sistema de $N=3456$ correspondientes a diferentes instantes de tiempo.

Con la finalidad de estudiar la influencia de la densidad y temperatura de la cual se hace el enfriamiento se realizaron experimentos numéricos con un sistema que constan de $N=2916$ átomos de Ag. El sistema se enfría con velocidad $v=7.5 \times 10^{13}$ K/s. En la Figura 9 se presentan la variación del número promedio de átomos en los clusters formados en función de la temperatura de inicio de enfriamiento, para 3 valores de densidad expresados en g/cm^3 0.98, 0.41 y 0.21.

Se observa que para densidades bajas el número promedio de átomos que forman clusters es limitado y prácticamente no depende de la temperatura. En cambio para densidades relativamente altas (0.98) se observa dependencia significativa del número de átomos promedio en los clusters respecto a la temperatura. Además los clusters de mayor tamaño se obtienen a partir de temperaturas cercanas al punto de ebullición, es decir cuando la sobre saturación es mayor.

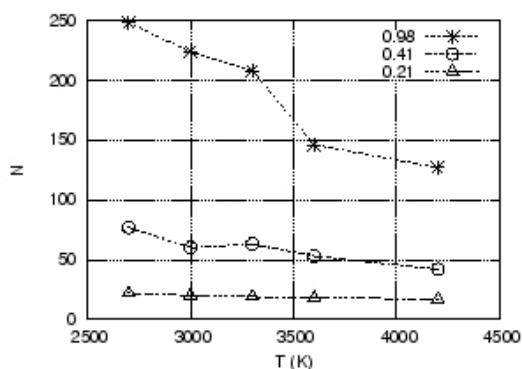


Figura 9: Número de partículas promedio como función de la temperatura de inicio. T.

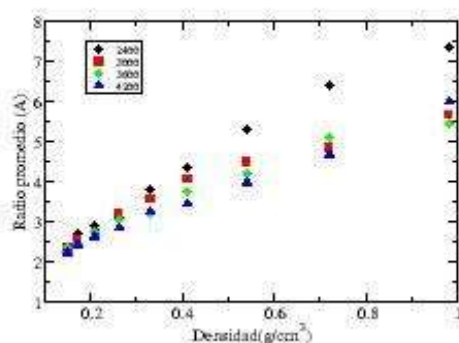


Figura 10: Radio promedio de los clusters como función de la densidad del gas.

Finalmente, en la figura 10 se presentan la dependencia del tamaño (radio) promedio de los clusters luego del enfriamiento como función de la densidad del gas para diferentes valores de temperatura de inicio de enfriamiento. En general con el incremento de la densidad el radio promedio de los clusters aumenta, apreciándose un crecimiento casi lineal para temperaturas menores (2400K) y cierta tendencia a saturación para temperaturas más altas.

4. Conclusiones

Mediante el método de DM se ha estudiado los procesos de formación y crecimiento de los clusters de plata a partir de la fase gaseosa. La tasa de formación y posterior crecimiento de los clusters depende significativamente de la densidad del gas y en menor medida de la temperatura inicial. Para estudiar un número mayor de clusters y mejorar la estadística es necesario trabajar con sistemas más grandes, del orden de 10000-20000 átomos, lo cual requiere mayor

capacidad de cómputo. Para un análisis más detallado de la estructura de los clusters en las diferentes etapas es necesario utilizar la técnica de análisis de vecinos comunes, la cual se encuentra en etapa de implementación.

5. Referencias

- [1] Combe JN. Understanding the growth of nanoclusters films. *Computational Materials Science*. 2002; 24:78-87.
- [2] Massobrio JC, Pasquarello A, Car R. First principles study of photoelectron spectra of Cu_n -clusters. *Physical-Review-Letters*. 1995; 75 (11):2104.
- [3] Zhanga L, Ranadeb MB, Gentrya JW. Synthesis of nanophase silver particles using an aerosol reactor. *Aerosol Science*. 2002; 33:1559-1575.
- [4] Mahapatra SK, Bogle KA, Dhole SD, Bhoraskar VN. Synthesis of gold and silver nanoparticles by electron irradiation at 5–15 keV energy. *Nanotechnology*. 2007; 18: 135602.
- [5] Avasthi DK, Mishra YK, Kabiraj D, Lalla NP, Pivin JC. Synthesis of metal-polymer nanocomposite for optical applications. *Nanotechnology*. 2007; 18:125604.
- [6] Mark TS. Vapor phase synthesis of nanoparticles. *Current Opinion in Colloid and Interface Science*. 2003; 8:127-133.
- [7] Daw MS, Baskes MI. Semiempirical, Quantum Mechanical Calculation of Hydrogen Embrittlement in Metals. *Phys. Rev. Lett*. 1983; 50:1285.
- [8] Cleri F, Rosato V. Tight-binding potentials for transition metals and alloys. *Phys. Rev. B*. 1993; 48:22.
- [9] Tomanek D, Aliigia AA, Balseiro C. Structural simulation of clusters in liquid Ni-Al alloy. *Phys. Rev. B*. 1985; 32:5051.
- [10] Stillenger FH. Analysis and control of ultrafast dynamics in clusters. *J. Chem. Phys*. 2000; 38:148.
- [11] Gafner YY, Gafner SL, Entel P. Formation of an Icosahedral Structure during Crystallization of Nickel Nanoclusters. *Physics of Solid State*. 2004; 46(7):1327-1330.
- [12] Rojas J, Rojas Ch. Procesos de coalescencia de dos nanopartículas de cobre: Simulación con el método de dinámica molecular. *Internet Electron J. Nanocs. Moletron*. 2006; 4(3): 805-814.

III. Ingeniería Nuclear

Medición del factor de pico y la potencia neutrónica de un reactor nuclear

Agustín Zúñiga^{1,2,*}, José Lamas², Esteban Cerrón², Israel Huapaya²

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

² Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Apartado Postal 14-0149, Lima 14, Perú

Resumen

Para mantener la operación segura de los reactores nucleares es necesario evaluar su operatividad para situaciones extremas, esto se realiza tanto en la etapa de diseño cuanto durante la operación comercial. Una manera de hacerlo es determinar el punto donde la generación de calor es máxima y cuánto mayor es respecto al promedio del núcleo. Ese cociente se denomina el factor de pico (K), usualmente es conocido únicamente por cálculo. Sin embargo algunas veces, hay oportunidad de medirlos, como es el caso cuando los reactores son puestos en servicio y se dispone de núcleos frescos y tiempo para las irradiaciones (50 operaciones a baja potencia y casi 3 meses de trabajo). En este artículo se presentan los resultados de las mediciones realizadas en el reactor peruano RP10, mediante la técnica de activación de monitores metálicos (hojuelas): Factor de pico total $K_t = 2.9 \pm 0.1$, factor de pico axial, $K_a = 1.3 \pm 0.1$, y factor de pico radial, $K_r = 2.3 \pm 0.1$. También se determinó el flujo térmico medio del núcleo, $\bar{\phi} = 3.7 \pm 0.2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ y la potencia del reactor para la configuración 14, $P = 88 \pm 5 \text{ W}$, correspondiente a la corriente de marcha CM-4, $3.0 \times 10^{-10} \text{ A}$.

Abstract

To maintain the safe operation of nuclear reactors is necessary to evaluate its operations for extreme situations, this is done both in the design phase terms during the commercial operation. One way of doing this is to determine the point where heat generation is highest and how much greater compared to the average core. That ratio is called the peak factor (PF), is usually known only by calculation. But sometimes, there is opportunity to measure it, as when the reactors are put into service and is available fresh cores and time for irradiation (50 operations at low power and almost 3 months). This paper presents the results of the measurements made in the Peruvian nuclear reactor, RP10, using the technique of activation metal monitors (flakes). Factor peak total $K_t = 2.9 \pm 0.1$, factor peak axial, $K_a = 1.3 \pm 0.1$, and factor peak radial $K_r = 2.3 \pm 0.1$. Also we measured the average thermal flux $\bar{\phi} = 3.7 \pm 0.2 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, and power reactor in core configuration 14, $P = 88 \pm 5 \text{ W}$, corresponding to the current of CM4, $3.0 \times 10^{-10} \text{ A}$.

Palabras claves: Peak Factor Measurement - Neutronic Power Measurement - Experimental Reactor Physics

1. Introducción

Los reactores nucleares deben trabajar de manera segura, para ese fin desde el diseño se consideran situaciones de máxima exigencia para los sistemas de mitigación del calor en las placas combustibles, dado que el máximo accidente que puede ocurrir en un reactor nuclear de investigación es el derretimiento de los elementos combustibles.

Se sabe que los reactores nucleares trabajan como máximo a la potencia nominal de diseño, para el reactor RP-10 se considera 10MW. Esta potencia corresponde al promedio alcanzada en la configuración. Por lo que es natural que en algún punto, este valor sea superado hasta un valor máximo. Hasta cuánto es este máximo respecto al

medio, es una condición de seguridad exigida para la licencia de cualquier configuración nuclear del reactor. Vale decir, se debe probar para el punto de máxima exigencia, que el sistema de remoción de calor está plenamente asegurado.

Conocer la razón de la potencia media al máximo, es decir el factor de forma (K), o factor de pico, se realiza mediante la medición de la distribución de flujo neutrónico térmico en cada punto de la configuración nuclear, conocida esta distribución espacial, es posible rápidamente conocer el medio y el máximo (punto más caliente), y desde allí el factor de forma.

*Correspondencia autor: azuniga@ipen.gob.pe

En nuestro trabajo esta medición se realizó para la configuración nuclear 14 del RP-10, núcleo fresco, mediante la técnica de activación de indicadores metálicos (hojuelas). Conocer experimentalmente este valor podría ayudar a los calculistas para afinar y evaluar sus modelos.

2. Fundamento Teórico

La potencia neutrónica. La potencia de operación de un reactor va a quedar definida por las que alcanza el punto máximo (o el canal caliente) y con seguridad está por encima del valor medio. Este cociente entre el máximo y el medio, que resulta, no puede ser mayor que un determinado valor. Sin embargo este puede disminuir si se levanta el cociente, es decir la potencia media, hacer esto es tender a aplanar la distribución de potencia o de flujo neutrónico en el núcleo. Esto puede realizarse por ejemplo con los reflectores o poner en las zonas centrales, donde el flujo alcanza valores mayores, elementos combustibles de menos enriquecimiento o más quemados. Esta gestión de combustible ayuda a mejorar la seguridad y también a disminuir el costo de energía producida por el reactor.

La potencia (energía liberada por unidad de tiempo) producida por las fisiones en el reactor va a corresponder a todas las fisiones que se realicen, es decir, se deben considerar las fisiones térmicas, epitérmicas y rápidas. La expresión final para la potencia resulta.

$$P(W) = \gamma \int \int \Sigma_f(E) \phi(r, E) d r d E$$

que en la versión operativa es la siguiente:

$$P(W) = 1.60 \cdot 10^{-13} E_{/R} \frac{N_A M^{235} \sqrt{\pi}}{A^{235}} g^{235}(T) \sqrt{\frac{T_0}{T}} \sigma_f^{235} f_D \tilde{\phi} (1 + \alpha_{epi} + \alpha_{rap})$$

Los valores utilizados para el caso de la configuración estudiada fueron:

$$E_R = 192.9 \text{ MeV}, A=235, N_A = 6.023 \times 10^{23}, M^{235} = n^\circ \text{ placas} \times 17.5 \text{ g} = 5.53 \text{ Kg}, g^{235} = 0.97, T_0 = T, \sigma_f^{235} = 582.2 \times 10^{24} \text{ cm}^2, f_D = 0.935, \alpha_{rap} = 0, I^{235} = 276.3 \pm 2.8 \times 10^{24} \text{ cm}^2$$

Con las definiciones siguientes:

$$\alpha_{epi} = \tilde{\lambda} \frac{I^{235}}{f_D \sigma_f^{235}}$$

$$\lambda = \frac{\Phi_{epi}}{\Phi_{th}}$$

Flujo medio. El flujo neutrónico térmico medio de la configuración, que se emplea en la determinación de la potencia, la definimos como el promedio pesado por la masa en cada caja.

$$\tilde{\lambda} = \frac{\sum_j^J m_j \phi_j}{\sum_j^J m_j}$$

donde:

m_j : masa de la caja j-ésima, (g); ϕ_j = flujo medio en la caja j-ésima; $J = n^\circ$ de cajas de la configuración.

La relación nos permite establecer que la potencia es proporcional al flujo medio en cada caja.

Factor de forma total, K_t Es la razón entre el punto máximo con el promedio del núcleo

$$K_t = \frac{P_{\max imo}}{P_{\text{nucleo}}}$$

$$K_t = \frac{[g(T) A_{th} (1 + \alpha_{epi})]}{\sum_i^J p_i g_i T A_{i,th} (1 + \alpha_{epi})}$$

Factor de forma axial, K_a Es la razón entre el punto máximo con el valor medio de la caja:

$$K_a = \frac{P_{\max}}{P_{\text{placa}}}$$

Factor de forma radial, K_r Es la razón entre el valor en placa con el valor medio del núcleo:

$$\frac{P_{\text{placa}}}{P_{\text{nucleo}}}$$

$$K_r = P_{nucleo}$$

3. Desarrollo Experimental

El procedimiento experimental se inició con la preparación de los monitores metálicos (hojuelas), determinando su masa en una balanza electrónica, con aproximación hasta microgramos e identificándolo con un número o código. Estos monitores se guardaron en sobres sellados de plástico, adjuntando sus características, tales como, peso, diámetro, espesor y código.

Previamente se construyeron espadas de aluminio, de espesor 2mm, donde se posicionaron los monitores en puntos separados 10.3 cm en la dirección axial (z) y 13 mm en la dirección radial (X), estas espadas, de longitud 92 cm, tenían en la parte superior un tope (a 72 cm) que permitía ingresar en el canal solo hasta la posición establecida por este tope. Igualmente en la parte superior se dispuso de dos agujeros por los que se introdujeron hilos para su manipulación (posicionamiento en la caja y canal definido) desde la boca de tanque situada a 11 metros de altura desde la base del núcleo.

En una sola espada se podía incorporar hasta 11 monitores desnudos, mientras para el caso de bajo cadmio se dejaban vacías posiciones intermedias, para evitar autoabsorción de neutrones, con lo que los monitores bajo cadmio estaban separadas el doble, que los desnudos, es decir 20.6 cm en Z y 2.6 cm en X. En la Figura 1, se muestran los materiales básicos utilizados. En la Figura 2 el esquema del portamuestra en la forma de espada. En la Figura 3 se presenta una vista de planta de un elemento combustible normal mostrando la longitud activa del combustible en la dirección axial (eje-z), 61.5 cm; las longitudes en la dirección radial, 62.75 en el eje X y 81.24 en el eje Y; el ancho de canal 3.3 cm; el número de placas por caja, 16. El monitor testigo se posicionó dentro de una caja de irradiación (PI o CI) en la posición escogida, D34Y, la cual se mantuvo en todas las irradiaciones. De acuerdo a los procedimientos establecidos, el cartucho de aluminio conteniendo el monitor metálico desnudo, se pasó previamente por la prueba de estanqueidad (sumergiéndolo en nitrógeno líquido y no observado emanación de burbujas de aire).

El cartucho con el monitor testigo y las espadas con los monitores (desnudos o bajo cadmio) correspondientes, se posicionaron en las cajas y canales programados antes del

inicio de la operación. Para no cometer confusiones, uno de los responsables del trabajo experimental (grupo de física experimental de reactores) acompañaba a los operadores.

La potencia de operación se programó al orden de 100 vatios, con ello los tiempos de irradiación no superaron los 60 minutos. Llegado al fin de irradiación se extraía primero la caja del monitor testigo en el momento que se hacía scram, mientras que las espadas se procedían cuando el reactor estaba completamente apagado.

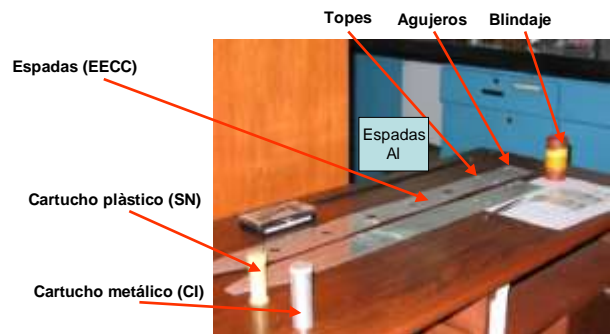


Figura 1: Materiales básicos utilizados: espadas de aluminio como portamuestras para la medición de las distribuciones de flujo en los canales de las cajas de elementos combustibles; cartuchos de plástico y aluminio; monitores metálicos; blindajes.

El desmontaje de los monitores se hacía luego de esperar unos minutos para que decaiga la actividad del aluminio. Para la medición de la actividad de los monitores, se los ubicaban en los portamuestras del sistema automático del movimiento de muestras (SAMM), el cual permitía la programación del tiempo de medición por muestra y el número de repeticiones (vueltas hasta que retorne el mismo monitor). Este sistema estaba acoplado a una cadena de medición con detector INa (TI) 2x2, ubicado dentro de un blindaje adecuado.

La condición para definir el tiempo de medición era que el conteo bajo el fotopico del manganeso, no fuese menor a 10000 cuentas, con ello asegurábamos errores menores al 1%. Todas las actividades se normalizaron con el correspondiente al Testigo. El conjunto de las mediciones eran guardadas en el computador para el tratamiento posterior. Los monitores luego de las mediciones eran devueltos a sus sobres correspondientes.

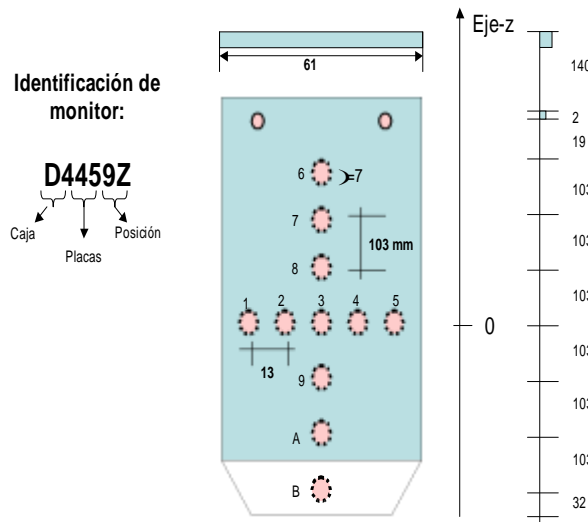


Figura 2: Esquematación de las dimensiones de la espada de aluminio, utilizada como portamuestra de los monitores metálicos, desnudos y bajo cadmio.

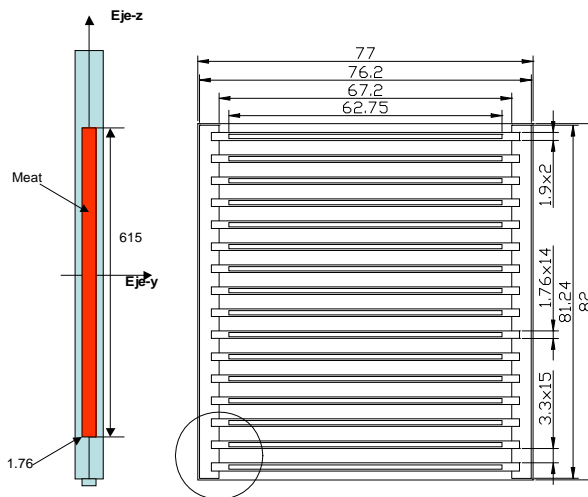


Figura 3: Vista de planta de las dimensiones de una caja de elemento combustible en cuyos canales se ubicaron las espadas portamuestras para determinar las distribuciones de flujo térmico. Las placas tienen un área activa de 615 mm x 1.76 mm.

En la Figura 4 se presenta el esquema de los equipos empleados. No se pudieron ubicar espadas en los elementos combustibles de control por lo que las actividades para estas cajas se tomaron del cálculo, a los que le asignamos un error máximo del 10%. Las mediciones para cubrir todo el núcleo duraron aproximadamente 3 meses. En la Figura 5 se presenta la configuración nuclear número 14 respecto al cuál se realizaron las mediciones.

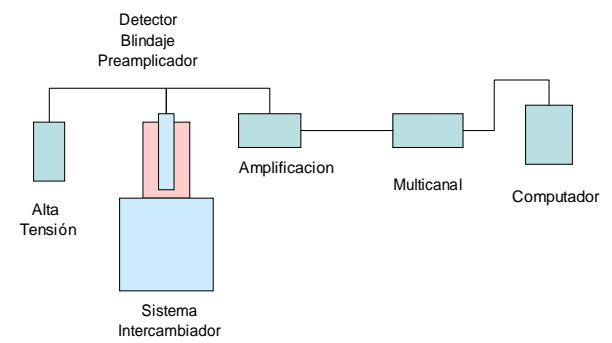


Figura 4: Esquema del equipo de medición utilizado.

4. Resultados

Factor de Pico. Para cada caja de combustible se determinó el valor medio de la activación térmica $A_{th,j}$, relativa al testigo, a partir de las distribuciones obtenidas para las direcciones axial z, y radiales, x e y, se promedió el factor de desventaja para el eje X, f_{Dx} , lo mismo se hizo con el factor de desventaja para el eje Z, f_{Dz} y la actividad en Y, A_y , con lo que la activación térmica para la caja resultó como:

$$\tilde{A}_{th,j} = f_{Dx} f_{Dy} A_{th,y}$$

donde

$$f_{Dx} = \frac{A_{th,x,centro}}{A_{th,x,media}}$$

$$f_{Dz} = \frac{A_{th,z,centro}}{A_{th,z,media}}$$

Las actividades medias por caja aparecen en la Tabla 1, con la gráfica correspondiente en la Figura 5.

| | A | B | C | D | E | F | G | H | I | J |
|----|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 1 | | | TN 002 | NG 004 | PI 001 | NG 027 | PI 002 | NG 012 | | |
| 2 | | | | NG005 | NN 006 | NN 005 | NN 007 | NC 011 | | |
| 3 | | CF 002 | | PI 003 | NC 002 | NN 001 | NC 003 | PI 004 | | |
| 4 | | | NG 007 | NN 013 | NN 002 | PI 005 | NN 003 | NN 015 | NG 013 | |
| 5 | | | NG006 | NN 014 | NC 004 | NN 004 | NC 005 | NN 016 | NG 022 | |
| 6 | | | | PI 006 | NN 008 | NN 009 | NN 010 | PI 007 | | CF 003 |
| 7 | | | | NG 010 | NN 011 | NC 006 | NN 012 | NG 023 | | |
| 8 | | | | NG 008 | PI 008 | NG 028 | PI 009 | NG 020 | | |
| 9 | | | | | CF 001 | | | | PI 010 | |
| 10 | | | | | | | | | | |

Figura 5: Esquema de la configuración nuclear 14. TN: sistema neumático. NG: elementos de grafito. PI: posición de irradiación. NN: elemento combustible normal. NC: elemento combustible de control. CF: cámaras de fisión.

Tabla 1: Actividades térmicas medias por caja para l a configuración nuclear 14, correspondientes a una corriente de operación CM4: 3×10^{-10} A.

| Posición | Factor Dx | Factor Dz | Activ. Th.y | A.Th.Media | Error | N° placas |
|-----------|---------------------|-----------|-------------|------------|-------|-----------|
| C1 | | | | | | |
| E2 | 1.064 | 0.785 | 0.383 | 0.320 | 0.013 | 16 |
| F2 | 1.068 | 0.827 | 0.314 | 0.277 | 0.011 | 16 |
| G2 | 1.070 | 0.815 | 0.204 | 0.178 | 0.001 | 16 |
| E3 | Elemento de control | | | 0.414 | 0.041 | 12 |
| F3 | 1.037 | 0.795 | 0.572 | 0.471 | 0.019 | 16 |
| G3 | Elemento de control | | | 0.295 | 0.025 | 12 |
| D4 | 1.084 | 0.768 | 0.367 | 0.306 | 0.012 | 16 |
| E4 | 1.173 | 0.798 | 0.370 | 0.346 | 0.014 | 16 |
| F4 | Trampa central | | | | | |
| G4 | 1.168 | 0.856 | 0.493 | 0.493 | 0.020 | 16 |
| H4 | 1.046 | 0.802 | 0.425 | 0.357 | 0.014 | 16 |
| D5 | 1.057 | 0.769 | 0.366 | 0.298 | 0.012 | 16 |
| E5 | Elemento de control | | | 0.272 | 0.027 | 12 |
| F5 | 1.007 | 0.749 | 0.666 | 0.502 | 0.021 | 16 |
| G5 | Elemento de control | | | 0.545 | 0.085 | 12 |
| H5 | 1.104 | 0.782 | 0.469 | 0.405 | 0.016 | 16 |
| E6 | 1.192 | 0.806 | 0.373 | 0.358 | 0.014 | 16 |
| F6 | 1.042 | 0.799 | 0.554 | 0.460 | 0.018 | 16 |
| G6 | 1.098 | 0.794 | 0.553 | 0.481 | 0.019 | 16 |
| E7 | 1.080 | 0.773 | 0.415 | 0.347 | 0.014 | 16 |
| F7 | Elemento de control | | | 0.419 | 0.042 | 12 |
| G7 | 1.083 | 0.770 | 0.435 | 0.363 | 0.015 | 16 |

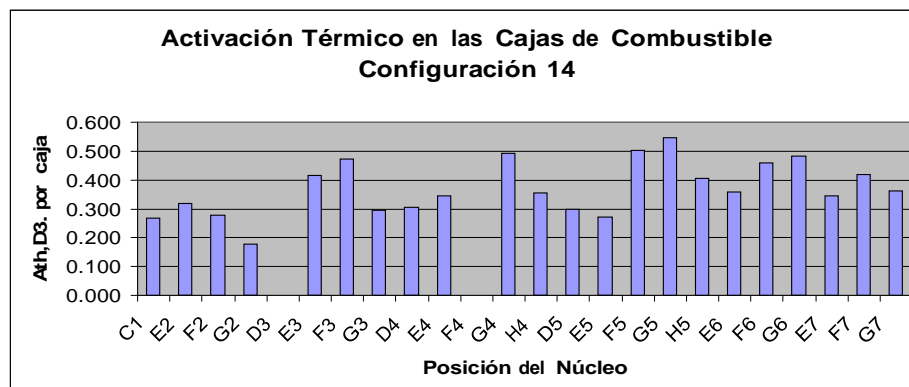


Figura 6: Activación térmica promedio en cada caja de elemento combustible normalizada a la activación de la testigo ubicada en la posición D34Y. También se incluye la posición del neumático (C1).

Desde la Tabla 1, se determina la actividad media de todo el núcleo mediante el peso de masas o del número de placas, resultando:

$$\tilde{A}_{th,nucleo} = 0.376 \pm 0.005$$

El punto de máxima activación térmica resultó en la placa 1 de la caja F5 a un altura de 1.3 cm desde el centro, con una actividad térmica en ese punto (caliente, c) de $1.137 \pm 2\%$, $\lambda_c = 0.095$, y $\alpha_{epi,c} = 0.05$, y para la placa de $0.856 \pm 4\%$

Con estos valores los factores de pico obtenidos fueron:

$$K_t = \frac{A_{th,c}(1+\alpha_{epi,c})}{\tilde{A}_{th,nucleo}(1+\alpha_{epi,nucleo})} = \frac{1.137(1+0.05)}{0.376(1+0.09)} = 2.9 \pm 0.1$$

$$K_a = \frac{1.137}{0.8565} = 1.3 \pm 0.1$$

$$K_r = \frac{0.8565}{0.376} = 2.3 \pm 0.1$$

Flujos neutrónicos

El flujo neutrónico medio en cada caja se determinó a partir de las actividades térmicas promedios normalizadas al testigo y el flujo neutrónico térmico en la posición del testigo (D34Y).

$$\tilde{\phi}_{th,j} = \tilde{A}_{th,j} \Phi_{th,D34Y}$$

El flujo neutrónico térmico de la posición testigo se obtuvo en base al formalismo de Westcott cuya relación principal se presenta.[4]. La distribución de flujos se presenta en la Tabla 2 y Figura 7.

$$A_{th}^B = \phi_{th} g(T) \frac{\sqrt{\pi}}{2} \sigma_{act0} \sqrt{\frac{T_0}{T}} (1+b\lambda) \left[G_{th} \pm r \sqrt{\frac{S_0 G_r}{T_0 g(T)}} \right]$$

$$\Phi_{th,D34Y} = (9.8 \pm 0.5) \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Tabla 2: Flujos neutrónicos térmicos medios por caja para la configuración 14, correspondiente a una corriente de marcha CM-4 de 3.0×10^{-10} A.

| Posicion | A.Th.Media | Error | s% | RCd | Flujo Termico x 10E8 (cm-2.s-1) | Error |
|----------|-----------------|-------|-------|------|------------------------------------|-------|
| C1 | NEUMATICO | | | | 2.64 | |
| E2 | 0.320 | 0.013 | 4.00 | 6.06 | 3.14 | 0.20 |
| F2 | 0.277 | 0.011 | 4.01 | 5.31 | 2.72 | 0.29 |
| G2 | 0.178 | 0.001 | 0.62 | 6.65 | 1.75 | 0.07 |
| D3 | TESTIGO (D34) | | 5.00 | | 9.81 | 0.49 |
| E3 | 0.414 | 0.041 | 10.00 | | 4.06 | 0.44 |
| F3 | 0.471 | 0.019 | 4.01 | 6.25 | 4.62 | 0.26 |
| G3 | 0.295 | 0.025 | 8.31 | 6.55 | 2.89 | 0.24 |
| D4 | 0.306 | 0.012 | 3.99 | 6.48 | 3.00 | 0.17 |
| E4 | 0.346 | 0.014 | 3.98 | 6.63 | 3.40 | 0.19 |
| F4 | TRAMPA DE FLUJO | | | | | |
| G4 | 0.492 | 0.020 | 4.00 | 6.55 | 4.83 | 0.52 |
| H4 | 0.357 | 0.014 | 4.01 | 7.12 | 3.50 | 0.20 |
| D5 | 0.298 | 0.012 | 4.00 | 7.56 | 2.92 | 0.31 |
| E5 | 0.272 | 0.027 | 10.00 | | 2.67 | 0.29 |
| F5 | 0.502 | 0.021 | 4.20 | 6.89 | 4.93 | 0.29 |
| G5 | 0.545 | 0.055 | 10.00 | | 5.35 | 0.58 |
| H5 | 0.405 | 0.016 | 4.00 | 7.85 | 3.97 | 0.23 |
| E6 | 0.358 | 0.014 | 3.99 | 5.35 | 3.51 | 0.20 |
| F6 | 0.460 | 0.018 | 4.00 | 6.12 | 4.52 | 0.49 |
| G6 | 0.481 | 0.019 | 4.01 | 7.29 | 4.72 | 0.27 |
| E7 | 0.346 | 0.014 | 4.01 | 6.31 | 3.40 | 0.14 |
| F7 | 0.419 | 0.042 | 10.00 | | 4.11 | 0.41 |
| G7 | 0.363 | 0.015 | 4.00 | 6.42 | 3.56 | 0.14 |

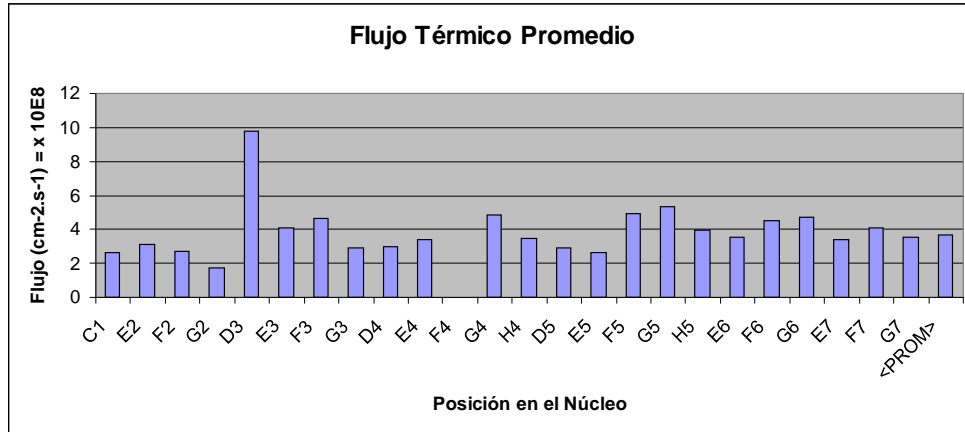


Figura 7: Distribución del flujo térmico medio por caja de elemento combustible, tanto normal cuanto de control. Se presenta también el valor en el neumático (C1) y el valor promedio en las cajas (PROM).

Potencia neutrónica

Para la determinación del $\tilde{\lambda}$, se utilizó la relación del índice espectral de Westcott, r , definida como:

$$r \sqrt{\frac{T}{T_0}} = \frac{\lambda}{1 + \lambda b}$$

y

$$r \sqrt{\frac{T}{T_0}} = \frac{G_{th}}{[R_{Cd} F - 1] \frac{S_0 G_r}{g} + R_{Cd} \left[\frac{1}{K} - \frac{FW}{g} \right]}$$

En la tabla 2, se presentan los resultados de las razones de cadmio medio para cada caja en base a las irradiaciones desnudas y bajo cadmio realizadas, a partir de ellos, el valor promedio resulta: $\tilde{r}_{Cd} = 6.55 \pm 0.65$ que genera un índice espectral de:

$$r \sqrt{\frac{T}{T_0}} = 0.16$$

5. Conclusiones

a. El método expuesto para medir los factores de pico mediante la técnica de activación de monitores metálicos es dificultoso, debido al número de irradiaciones, lecturas de monitores y cuidado en la colección y tratamiento de datos. Sin embargo, es factible hacerlo, particularmente durante la puesta en marcha de un reactor, que no estando en operación comercial se dispone de tiempo suficiente.

y la razón de flujo epitérmico a térmico: $\tilde{\lambda} = 0.19$. Las constantes utilizadas para el indicador de manganeso fueron: $G_{th} = 0.98$, $F = 1$, $S_0 = 0.6653$, $G_r = 0.86$, $g(T) = 1$, $1/K = 0.462$, $W = 0$, ver Ri(80).

El valor medio del flujo térmico resultó:

$$\tilde{\Phi}_{th, nucleo} = (3.7 \pm 0.2) \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Con los valores obtenidos se determinó la potencia neutrónica para esta configuración, correspondiente a la corriente de marcha, CM-4, 3×10^{-10} A,

$$P = (88 \pm 5) \text{ W}$$

b. Respecto al resultado obtenido del factor de pico total de 2.9 ± 0.1 , se encuentra ligeramente superior al obtenido por cálculo de 2.7, pero dentro de la incertidumbre del 10%. Para disminuir este valor la recomendación práctica es que, las nuevas configuraciones se construyan ubicando elementos de menor quemado en las zonas periféricas y los elementos de mayor quemados, en las regiones centrales.

c. El método ha demostrado que la técnica del testigo se hace recomendable cuando se tienen que realizar muchas mediciones.

Quedando la posición referencial, la posición del testigo (sistema neumático), como el punto vigía mientras dure la configuración estudiada. Respecto al cual se puede hacer el seguimiento aproximado de las capacidades de activación de cualquier posición del núcleo. Este resultado puede ser útil, también, para la calibración en potencia, es decir, para elevar niveles de potencia en función a las actividades térmicas del monitor posicionado en el neumático.

d. Las mayores fuentes de error en la determinación de los valores medios de las cajas han correspondido a la asunción que en cada placa se considera una sola distribución axial (eje Z), ubicada en el centro de la placa; igualmente una sola distribución radial (eje X), ubicada en el nivel central de la placa. Sin embargo, estimamos que el error no superaría el 5%. Todas estas influencias se pueden comparar con los resultados de cálculo, labor que está pendiente.

e. Si tomamos en cuenta que se han medido 21 elementos combustibles, y por cada elemento se han posicionado 6 espadas, como mínimo, resultó en 126 espadas con monitores desnudos, igual cantidad ocurrió para el caso de bajo cadmio. Las irradiaciones fueron distintas para las desnudas y para las de cadmio, por lo que el número de operaciones para las irradiaciones superaron la media centena.

f. Una corrección, importante, durante las mediciones se relacionó con la medición del fondo para cada monitor, considerándolo variable, debido a la presencia de relativa de los monitores activos vecinos. Para ello se ubicaron portamuestras vacías cada cinco monitores sean desnudos o bajo cadmio con estas mediciones se hicieron interpolaciones lineales para obtener el fondo de cada monitor. Esto mejoró la determinación de las actividades en los respectivos monitores.

g. El método de activación de monitores para la medición de la potencia de un reactor presentado en este trabajo usualmente se realiza solo durante la puesta en marcha, debido a que es prácticamente el único factible, dado que no es aplicable el método del balance térmico, ni el de nitrógeno, ambos requieren del bombeo del refrigerante.

En la puesta en marcha se inicia con el régimen de baja potencia en cuyo caso la refrigeración forzada no está permitido. Es decir el método expuesto se convierte en el único método disponible.

h. La dificultad de repetir estas mediciones en un reactor radica en la perspectiva comercial, puesto que se requiere bastante tiempo de operación, por lo que se prefieren otras técnicas de medición tales como el balance térmico y nitrógeno. Sin embargo considerando que estas técnicas se utilizan para medias y altas potencias el método de activación expuesto sigue siendo la más simple y útil para los niveles de baja potencia. También se puede hacer una adecuada superposición de los métodos (balance térmico y activación) para hacer un barrido desde bajas potencias hasta la media y alta y obtener una curva de calibración de potencia la cual es solicitada en el licenciamiento de los reactores nucleares de investigación.

i. Los resultados expuestos pueden ser de mucha utilidad para los calculistas, en la comparación de sus modelos. Sin embargo en los estudios directamente relacionados con el modelamiento, las facilidades de baja potencia son mucho mas prácticas, tal es el caso del reactor peruano de potencia cero (RP0).

† Este artículo está dedicada a la memoria de la amiga y maestra en física experimental de reactores: María Teresa Bang (Q.E.P.D.) de la Comisión de Energía Atómica de Argentina.

6. Referencias

1. Glasstone S, Sesonske A. Ingeniería de reactores nucleares. Ed. Reverte, 1975.
2. Lamarsh J. Introduction to reactor physics. Adison Wesley, 1975.
3. Profio P. Experimental reactor physics. Adison Wesley, 1980.
4. Zuñiga A. Determinación del flujo neutrónico en el reactor RP-10. Informe Interno, 1991.
5. Reactor RP-10, Informe Interno, 1991.

Caracterización neutrónica del conducto tangencial del reactor nuclear RP-10

Agustín Zuñiga*

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

Resumen

Se presenta los resultados de las mediciones realizadas para la determinación de la distribución del flujo neutrónico térmico y epitérmico en el Conducto de Irradiación Tangencial (salida No 6), del reactor nuclear de investigación del Perú, RP-10, para la configuración N° 14, mediante la técnica de activación de monitores metálicos y la medición de la Razón de Cadmio, utilizando el formalismo de Westcott. Los flujos máximos térmico y epitérmico obtenidos, para la potencia de 10 kW, fueron $4.5 \pm 0.2 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $5.8 \pm 0.3 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ respectivamente, que se alcanzaron a la distancia de 397 cm del inicio del tubo.

Abstract

We present the results of measurements made in order to determine the thermal and epithermal neutron flux in the irradiation tangential tube N° 6 of the peruvian nuclear reactor RP10, on configuration N° 14, utilizing the activation technique of metal monitors and cadmium ratio, following the Westcott formalism. The maximum thermal and epithermal neutron flux obtained, corresponding at 10kW of power, were $4.5 \pm 0.2 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ and $5.8 \pm 0.3 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, respectively, which it is at 397 cm from the enter of the tangential tube.

Palabras Clave: Neutron flux, Irradiation Tube, Peruvian Nuclear Reactor, Reactor Physics, Facilities Nuclear Reactor, Neutron Distribution.

1. Introducción

La utilización de los reactores de investigación exige el conocimiento de las características neutrónicas de las diversas facilidades de irradiación que presenta, entre las principales características se tienen a los flujos neutrónicos en el rango térmico, epitérmico y rápido. En el reactor de investigación del Perú, RP10, una de las facilidades externas al núcleo es el tubo de irradiación denominado tangencial, por cuanto pasa tangente a una de las caras externas del núcleo. Saber cómo es la distribución de flujo neutrónico a lo largo de esta cavidad es una condición previa para su utilización, por lo que su medición es una actividad permanente para el proveedor de neutrones. Uno de las aplicaciones de este haz podría ser la producción de algún radioisótopo como el I-125, que requiere flujos epitérmicos del orden de $10^{13} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$. La técnica más comúnmente empleada en la medición de flujos se basa en la determinación de la Razón de Cadmio y el formalismo de Westcott.

2. Descripción Experimental

El reactor nuclear peruano de investigación RP-10 dispone de 4 conductos de irradiación radiales y 1 conductos de irradiación tangencial con dos salidas.

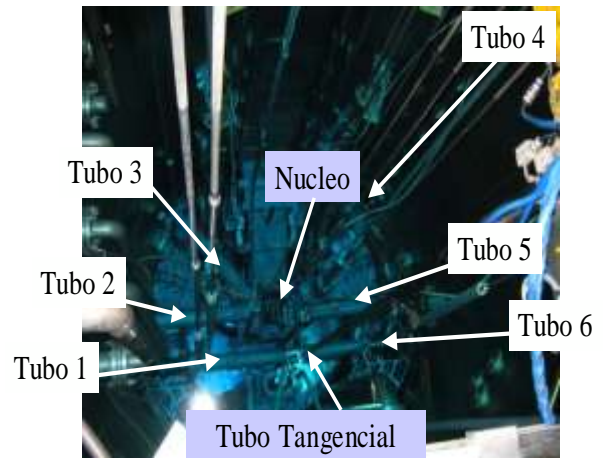


Figura 1: Vista de los haces radiales (tubos: 2, 3, 4, 5) y el tubo tangencial en el reactor nuclear RP10, con dos salidas (tubos: 1, 6).

El eje de los conductos radial y tangencial coinciden con el plano medio del núcleo, este diseño asegura el uso del máximo flujo obtenible desde el núcleo. El conducto tangencial atraviesa el tanque, y pasa tangente a una cara del núcleo (por la fila 10), pudiendo ubicarse muestras casi en contacto con la grilla a diferencia de los radiales donde solo se accede hasta la pared del tanque, por

*Correspondencia autor: azuniga@ipen.gob.pe

lo que los campos de radiación son intensos tanto de neutrones como de rayos gama.

El corte del nivel de flujo durante la irradiación solo puede realizarse mediante la bajada de potencia del reactor. A diferencia del radial donde existe un brazo interno que al ser retirado permite el blindaje de una columna de agua de casi 1 metro de espesor. Estas consideraciones se tuvieron en cuenta durante el experimento.

La medición del flujo de neutrones se realizó en el conducto de irradiación tangencial N° 6, ubicada junto al conducto radial N° 5. La irradiación se efectuó con el conducto sin agua. En las posiciones de 415, 404, 393.5, 383.7 y 374.9 cm respecto al inicio del conducto (Figura 2).

Con el reactor apagado y un campo de radiación gamma proveniente del núcleo de 130 mR/h, en la posición de inicio del conducto, sin ninguna puerta intermedia, se introdujeron los 5 discos de acrílico con los detectores, constituidos por hojuelas metálicas. Cada detector se cubrió de una bolsita sellada de plástico, para facilitar su manipulación y protegerla de algún contacto con impurezas. Cada detector fue adherida al

disco, en posiciones simétricas del eje, bajo el criterio de estar con una cara del disco lo mas cercano al núcleo (posición Y), y la simétrica, mas lejana (posición X) (Figura 3).

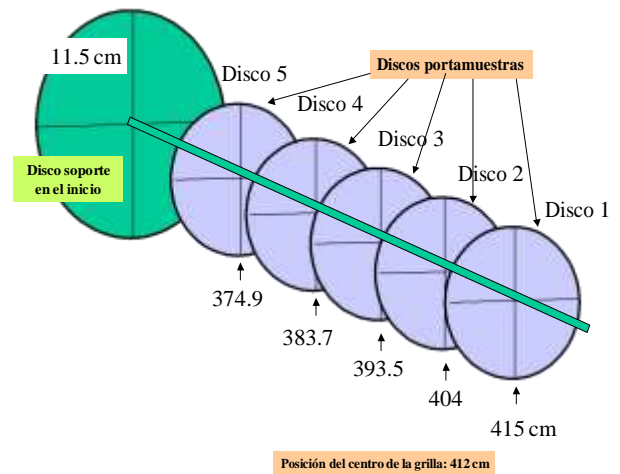


Figura 2: Portamuestras de discos de acrílico con un radio de 9 cm ingresan al tubo tangencial, el disco mayor de 11.5 cm de radio permite sostener estos discos tomando como eje de soporte un tubo de aluminio.

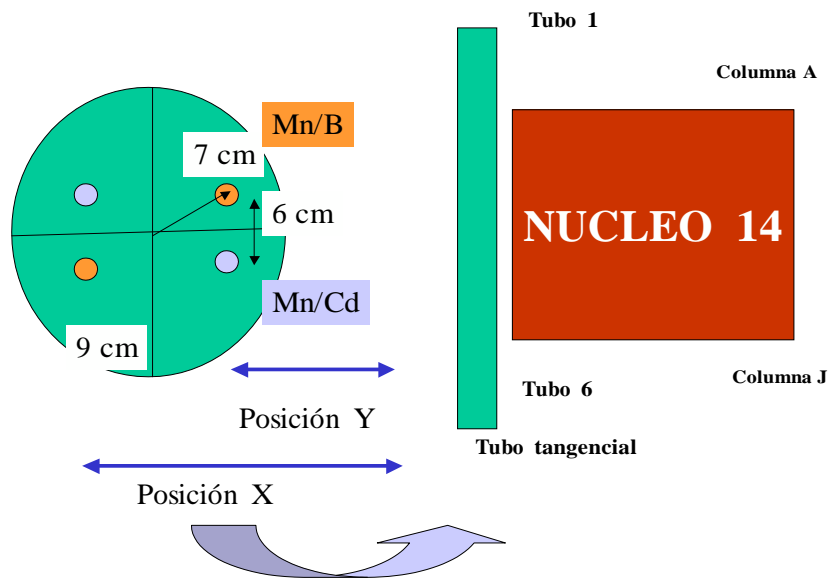


Figura 3: Disco de acrílico conteniendo detectores metálicos de manganeso desnudos (Mn/B) y bajo cadmio (Mn/Cd), a una distancia de 7 cm del centro del disco y separados 6 cm entre estos tipos de detectores. El tubo tangencial pasa a la altura mitad del núcleo.

El primer disco se situó a 415 cm desde el inicio del conducto, correspondiendo aproximadamente a 3 cm del centro de la grilla del núcleo, tirado hacia la columna A. Similarmente en forma consecutiva se

ubicaron cuatro discos adicionales, donde el segundo disco estuvo a 404 cm desde el inicio del conducto, separado 11 cm del primero, correspondiendo aproximadamente a 8 cm del centro de la grilla del núcleo,

tirado hacia la columna J. El tercer disco se ubicó a 393.5 cm desde el inicio del conducto, a 10.5 cm del segundo, correspondiendo aproximadamente a 21.5 cm del centro de la grilla del núcleo, tirado hacia la columna J. El cuarto disco se enclavó a 383.7 cm desde el inicio del conducto, a 9.8 cm del tercero, correspondiendo aproximadamente a 31.3 cm del centro de la grilla del núcleo, tirada hacia la columna J. Finalmente el quinto disco estuvo a 374.9 cm desde el inicio del conducto, a 8.8 cm del cuarto, correspondiendo aproximadamente a 40.1 cm del centro de la grilla del núcleo, tirada hacia la columna J (Figura 2).

Los discos se mantuvieron rígidos sobre un tubo de aluminio, ayudados de otro disco de mayor diámetro en el extremo de inicio del conducto. El conjunto semejaba la geometría interna del conducto. Los cinco discos ingresaron en el primer tramo de menor diámetro (18 cm) y el último en el tramo externo de un diámetro (23 cm), ambos

centrados alrededor del eje, como se muestra en la Figura 2.

En cada uno de los discos primero, tercero y quinto se colocaron cuatro detectores, todos a un diámetro de aproximadamente 7 cm, diametralmente opuestos (Mn/B con Mn/B; Mn/Cd con Mn/Cd), concéntricos al conducto (2 detectores de Mn: desnudos (Mn/B) y 2 detectores bajo cadmio (Mn/Cd), separados una distancia de 6 cm en cada cara (Y o X). (Figura 3).

En cada uno de los discos segundo y cuarto, se colocaron dos detectores, ambos a un diámetro de aproximadamente 7 cm, concéntricos al conducto, 1 detector desnudo, (Mn/B) y 1 detector bajo cadmio (Mn/Cd), separados una distancia de 6 cm, pegados hacia la cara mas cercana al núcleo (Y). (Figura 3). El sexto disco no llevó ningún detector, porque solo sirvió de apoyo. En la Tabla No 1 se observa un resumen de la ubicación de los detectores.

Tabla 1: Características del posicionamiento de discos y detectores para la medición de la distribución de flujo neutrónico térmico y epitérmico en el tubo tangencial N° 6 del RP10 (TTg), para la configuración 14, el centro del núcleo se encuentra a 412 cm del inicio.

| Disco | Posición (cm) | Detectores | Radio | Desplazamiento | Separación (By/Cd) |
|-------|---------------|--------------------------------------|-------|----------------|--------------------|
| D1 | 415 | Mn/B,30; Mn/B,27; Mn/Cd,32; Mn/Cd, 2 | 7 | -3 | 6 |
| D2 | 404 | Mn/B,42; Mn/Cd,1 | 7 | +8 | 6 |
| D3 | 393.5 | Mn/B,57; Mn/B,54; Mn/Cd,61; Mn/Cd,36 | 7 | +18.5 | 6 |
| D4 | 383.7 | Mn/B,59; Mn/Cd,53 | 7 | +28.3 | 6 |
| D5 | 374.9 | Mn/B,53; Mn/B,63; Mn/Cd,62; Mn/Cd,76 | 7 | +37.1 | 6 |

3. Resultados

Actividades Relativas Normalizadas de Hojuelas Mn/B y Mn/Cd

Haciendo referencia a la Figura 2, y las posiciones de los detectores de manganeso

desnudos (Mn/B) y bajo cadmio (Mn/Cd). Se realizaron las mediciones de las actividades correspondientes, que aparecen en las Tablas 2 y 3 respectivamente.

Tabla 2: Actividades normalizadas de hojuelas de manganeso desnudas (Mn/B).

| tj | Código | S | Wa | Dte | Waext | M (mg) | tm (s) | W/Fm/M | Abn |
|--------------|------------|-------|-------|----------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 16:43:30 | D1-Mn/B,30 | 11269 | 9561 | 04:45:03 | 34,297 | 9.32 | 200 | 18.537 | 0.645 |
| 16:49:30 | D1-Mn/B,27 | 8347 | 7174 | 04:51:03 | 26,435 | 9.05 | 200 | 14.715 | 0.512 |
| 16:55:00 | D2-Mn/B,42 | 18091 | 14011 | 04:56:33 | 52,917 | 9.28 | 200 | 28.725 | 1.000 |
| 17:02:00 | D3-Mn/B,54 | 14560 | 12044 | 05:03:33 | 46,833 | 9.34 | 200 | 25.259 | 0.879 |
| 17:08:00 | D3-Mn/B,57 | 17648 | 13806 | 05:09:33 | 55,271 | 9.11 | 200 | 30.562 | 1.064 |
| 17:13:30 | D4-Mn/B,59 | 12711 | 10663 | 05:15:03 | 43,754 | 9.26 | 200 | 23.802 | 0.829 |
| 17:19:00 | D5-Mn/B,43 | 5881 | 4844 | 05:20:33 | 20,372 | 9.28 | 200 | 11.059 | 0.385 |
| 17:27:30 | D5-Mn/B,63 | 5291 | 4314 | 05:29:03 | 18,848 | 9.48 | 200 | 10.015 | 0.349 |
| (*) 17:42:00 | D2-Mn/B,42 | 7620 | 6150 | 05:43:33 | 28,673 | 9.28 | 400 | 7.840 | |

Tabla 3: Actividades normalizadas de hojuelas de manganeso bajo cadmio (Mn/Cd).

| tj | Código | S | Wa | Dte | Waext | M (mg) | tm (s) | W/Fm/M | ACdn |
|----------|-------------|------|------|----------|-------|--------|--------|--------|-------|
| 12:40:38 | D1-Mn/Cd,32 | 5321 | 4105 | 00:42:11 | 4,959 | 9.50 | 1500 | 0.368 | 0.013 |
| 13:09:08 | D1-Mn/Cd,2 | 2183 | 1503 | 01:10:41 | 2,063 | 9.23 | 1500 | 0.158 | 0.005 |
| 13:53:38 | D2-Mn/Cd,1 | 6277 | 3685 | 01:55:11 | 6,174 | 9.09 | 1500 | 0.479 | 0.017 |
| 14:24:08 | D3-Mn/Cd,36 | 2077 | 1297 | 02:25:41 | 2,492 | 9.35 | 1500 | 0.188 | 0.007 |
| 14:58:38 | D3-Mn/Cd,61 | 5525 | 3551 | 03:00:11 | 7,962 | 9.24 | 1500 | 0.607 | 0.021 |
| 15:47:23 | D4-Mn/Cd,53 | 2227 | 1453 | 03:48:56 | 4,053 | 9.34 | 1500 | 0.306 | 0.011 |
| 16:09:23 | D5-Mn/Cd,62 | 1025 | 587 | 04:10:56 | 1,807 | 9.36 | 1500 | 0.136 | 0.005 |

En dichas tablas se encuentran los datos siguientes: En la columna 1, se presenta la hora del inicio de la medición. En la columna 2, se dan los códigos de identificación de cada hojuela (Mn/Cd : hojuela irradiada bajo cubierta de cadmio. Mn/B : hojuela irradiada sin cubierta o desnuda. D1 : primer disco, los otros discos (D2, D3, D4 y D5). 30, 31, ...números de identificación de la hojuela). En la columna 3, se presenta el área total, S, bajo el fotopico característico (846.7 KeV, para el Mn-56), proveniente del analizador multicanal (MCA). En la columna 4, se presenta el área neta, W, (área total menos el fondo). La determinación del fondo es realizada automáticamente por el MCA. En la columna 5, se presenta el tiempo de espera, D_{te}, tiempo transcurrido entre la finalización del tiempo de irradiación y el tiempo de inicio de la medición. En la columna 6, se da W_{ext}, el área extrapolada al fin de la irradiación. Para su determinación se utilizan los valores de las columnas 4 y 5. En la columna 7, se da la masa del nucleido, M(mg), presente en el detector, que producirá la reacción nuclear deseada. En unidades de miligramos. En la columna 8, se da t_m (s), el tiempo de medición, que se define en el MCA, en el modo vivo (live). En la columna 9, se da W_{ext}/F_m/M (1/s/mg), el área extrapolada dividido por la masa de la hojuela y por el factor del tiempo de medición

F_m, que toma en cuenta el hecho que la actividad decae durante el tiempo de medición, por lo que la determinación correcta de la actividad de la hojuela será dividir el conteo total por F_m en lugar del tiempo de medición, t_m. En la columna 10, de la Tabla 2, se da AB_n, la actividad desnuda normalizada al área neta extrapolada correspondiente a la hojuela testigo, en este caso está identificada como " D2-Mn/B,42"

En la Tabla 2, se observa una fila con (*), esto corresponde a otra geometría de detector fuente, d(D-F). Este valor corresponde a la medición de la hojuela testigo, que será empleado en la determinación de la actividad absoluta.

En la columna 10, de la Tabla 3, se da AC_d, la actividad bajo cadmio normalizada, al área neta extrapolada correspondiente a la hojuela testigo, en este caso es la identificada como "D2-Mn/B,42", cuyo valor se encuentra en la Tabla 2.

Actividades Térmicas Relativas Normalizadas, A_{thn}

La distribución de las actividades térmicas normalizadas, para las posiciones medidas, se presenta en la Tabla 4.

Tabla 4: Actividades térmicas y epitérmicas relativas normalizadas de manganeso.

| Disco | Posicion (cm) | ABn | ACdn | RCd (Mn) | FCd | Athn | <Ath> | <Athn> | <Aepi> | <Aepin> |
|-------|---------------|-------|-------|----------|-------|------|-------|--------|--------|---------|
| D1-Y | 415 | 0.645 | 0.013 | 50.391 | 0.980 | 0.63 | 0.64 | 0.645 | 0.010 | 0.645 |
| D1-X | 415 | 0.512 | 0.005 | 93.416 | 0.989 | 0.51 | 0.51 | 0.516 | 0.004 | 0.288 |
| D2-Y | 404 | 1.000 | 0.017 | 60.009 | 0.983 | 0.98 | 0.98 | 1.000 | 0.016 | 1.000 |
| D3-Y | 393.5 | 1.064 | 0.021 | 50.331 | 0.980 | 1.04 | 1.05 | 1.064 | 0.017 | 1.064 |
| D3-X | 393.5 | 0.879 | 0.007 | 134.510 | 0.993 | 0.87 | 0.87 | 0.885 | 0.008 | 0.494 |
| D4-Y | 383.7 | 0.829 | 0.011 | 77.830 | 0.987 | 0.82 | 0.82 | 0.829 | 0.013 | 0.829 |
| D5-Y | 374.9 | 0.385 | 0.005 | 81.279 | 0.988 | 0.38 | 0.38 | 0.385 | 0.006 | 0.385 |
| D5-X | 374.9 | 0.349 | | | | 0.35 | 0.35 | 0.351 | 0.003 | 0.196 |

En la tabla mencionada se encuentran los datos siguientes: En la columna 1, se presenta la identificación de la posición de la hojuela en el disco, donde X representa la

cara más lejana al núcleo e Y la cara más cercana al núcleo (Figura 2). En la columna 2, se da la posición del disco en el conducto, representa también la posición de la

hojuela, con respecto al inicio del conducto de irradiación, que según planos el centro de la grilla se encuentra a 412 cm del inicio del conducto. En la columna 3, se da AB_n , la actividad desnuda normalizada, que fue extraído de la columna 10 de la Tabla 2. En la columna 4, se da ACd_n , la actividad bajo cadmio normalizada, resultado extraído de la columna 10 de la Tabla 3. En la columna 5, se da la razón de cadmio para el manganeso, $RCd(Mn) (= AB_n/ACd_n)$, en las posiciones medidas del TTg. Para definiciones del método ver (1,3).

En la columna 6, se da la fracción de cadmio, FCd . En la columna 7, se da la actividad térmica normalizada, $A_{thn} (= FCd \cdot AB_n)$, de las hojuelas desnudas para las diversas posiciones. En la columna 8, se da la

actividad térmica media de la posición más cercana al núcleo, $\langle A_{thn-Y} \rangle$, para su determinación se utilizó una razón de cadmio promedio de los 5 discos, para esta posición, resultando: $\langle RCd-Y(Mn) \rangle = 64$ con un error estándar de 10.3%, con lo que la fracción de cadmio promedio correspondiente utilizada en la columna 9 fue de $\langle FCd-Y \rangle = 0.984$. Similarmente para el caso de $\langle A_{thn-X} \rangle$, la actividad térmica media de la posición más lejana al núcleo, para su determinación se utilizó una razón de cadmio promedio de los 2 discos, para esta posición, resultando: $\langle RCd-X(Mn) \rangle = 114$ con un error estándar de 18%. Con esto la fracción de cadmio correspondiente, utilizada en la columna 9 fue de $\langle FCd-X \rangle = 0.991$. Los resultados aparecen en la Figura 3.

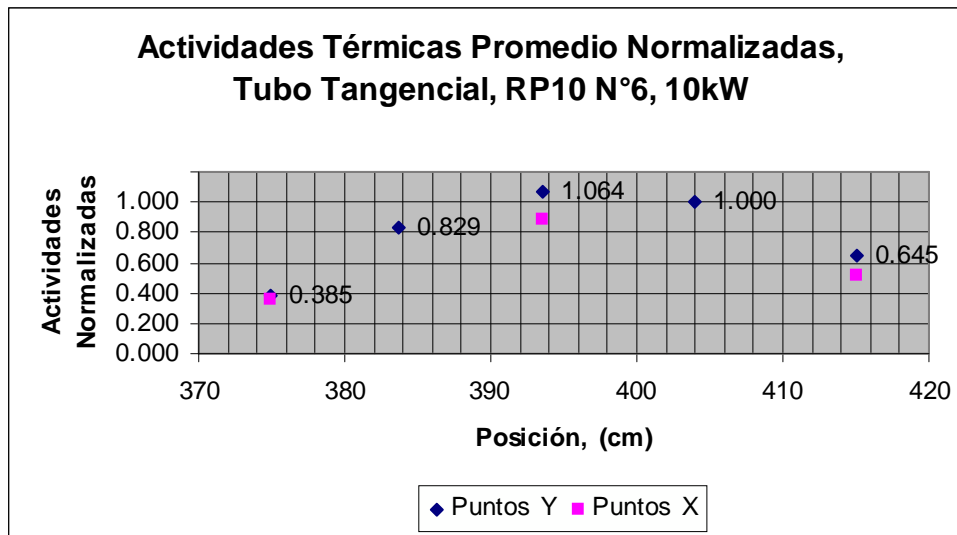


Figura 3: Actividades térmicas promediadas normalizadas a lo largo del tubo tangencial en las posiciones Y (mas cercanas a la grilla) y las posiciones X (mas alejadas de la grilla).

Actividades Epitérmicas Relativas Normalizadas, A_{epin}

La distribución de las actividades epitérmicas normalizadas, para las posiciones medidas, se presenta en la Tabla 4. En la columna 10, se da $\langle A_{epithn} \rangle$, la actividad epitérmica media normalizada de las hojuelas para las diversas posiciones, para, este fin se emplea la relación siguiente:

$$A_{epin} = A_{thn} / (RCd - 1)$$

Se utilizaron los resultados de la columna 9, y las razones de cadmio promedio: $\langle RCd-Y$

$\langle RCd-X(Mn) \rangle = 64$ y $\langle RCd-X(Mn) \rangle = 114$. En la Figura 4, se presenta la distribución de las actividades epitérmicas relativas normalizadas, en función de la posición dentro del conducto.

Flujos Térmico y Epitérmico

Para determinar los flujos neutrónicos térmico y epitérmico en cada punto medido, se necesita únicamente determinar el flujo térmico y epitérmico de la hojuela testigo y los valores de las tablas de actividades térmicas y epitérmicas normalizadas. De modo que sólo haremos la medición absoluta para la hojuela testigo.

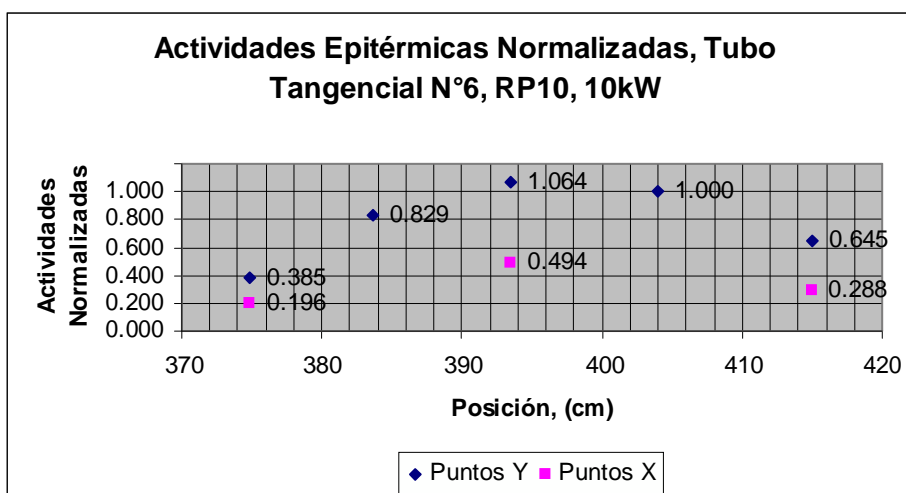


Figura 4: Actividades epitérmicas promediadas normalizadas a lo largo del tubo tangencial en las posiciones Y (mas cercanas a la grilla) y las posiciones X (mas alejadas de la grilla).

Actividad Absoluta por Unidad de Átomo

En la formulación de Westcott para determinar el flujo neutrónico térmico y epitérmico es necesario conocer la actividad absoluta de la hojuela desnuda por unidad de átomo, y la sección transversal efectiva [1]. Para la determinación de la actividad absoluta, se empleó una cadena de detección gamma de alta resolución, con detector Ge hiperpuro y patrones de actividades conocidas, con los que se obtuvo la eficiencia de la configuración geométrica del sistema de medición en función de la energía. El resultado obtenido para el pico de manganeso fue ϵ (846.7 KeV) = $9.39 \cdot 10^{-4}$. Con este resultado y los datos que se encuentran en la Tabla 2, en la ultima fila con asterisco (*), para la posición geométrica d(D-F) = 7 cm, la actividad absoluta resultó A_B (D2-Y, Mn/B;42) = 77461.86 s^{-1} .

En la ecuación fundamental de la activación, y la metodología de Westcott, la actividad de la hojuela es llevada a la saturación. En cuyo caso se deberá corregir al valor de fin de irradiación por el factor de activación infinita, F_i . Según [1], viene dada por la expresión: $F_i(t_i) = (1 - \exp(-\lambda \cdot t_i))$, donde t_i es el tiempo de irradiación y λ la constante de decaimiento del nucleido producido, en nuestro caso Mn-56, para la irradiación de 1 hora, este factor resulta: $F_i(\text{Mn}, 1 \text{ h}) = 0.235717$. Así la actividad de saturación fue:

$$A_{B_{\infty}} (\text{D2 - Y Mn / B ; 42}) = 328622.3 \text{ s}^{-1}.$$

En la formulación de Westcott, se necesita la actividad por unidad de átomo. En la Tabla 2,

miligramos, de ahí se determina la cantidad de átomos, que están presentes en la hojuela hábiles para producir la reacción nuclear de interés. Desde la hoja certificada del material de la hojuela se sabe que la pureza es de 81.3 (%); desde la referencia [3] la abundancia isotópica es de 100.00 (%). Con lo que el número de átomos resultó:

$$N_B(\text{Mn-42}) = 8.269 \cdot 10^{19} \text{ átomos}$$

Así la actividad absoluta por unidad de átomos correspondiente fue: $3.97 \cdot 10^{-15} \text{ s}^{-1}$.

Sección Transversal Efectiva

La sección trasversal efectiva, como la define el formalismo de Westcott, exige conocer el índice espectral de Westcott, para la posición de irradiación. La expresión que define el índice espectral, esta dada por la relación /1/.

$$r(T / T_0) = \frac{G_{th}}{[(R_{cd}^{F-1})(S_0 G_r / g)^{\pm} R_{cd} (1 / K - FW / g)]}$$

Para el manganeso desde /7/, usamos las constantes siguientes:

$$F=1.0; S_0=0.665; g=1.0; 1/K=0.462; W=0.0$$

Igualmente, para las dimensiones de la hojuela testigo, espesor 0.00508 cm y sección transversal de absorción $\sigma_a = 13.3 \cdot 10^{-24} \text{ cm}^2$ el

factor de autobilindaje térmico resulto: $G_{th} = 0.790$ y el epitérmico en $G_r = 0.884$.

en la columna 7, se encuentra la masa en

Con estos resultados y la razón de cadmio, $R_{Cd} = 60$, el índice espectral para la posición

especifica de la hojuela testigo, disco 2: D2-Y (404 cm), Mn-40, resultó: $r\sqrt{\frac{T}{T_0}} = 0.01266$

Según el formalismo de Westcott, la expresión de la sección transversal efectiva, según la referencia [1], está dada por:

$$\sigma^+ = g\sigma_{act,0} (G_{th} \sqrt{(T/T_0)} S_0 G_r / g)$$

Para la reacción nuclear $Mn^{25} (n, \gamma) Mn^{26}$, la sección transversal de activación evaluada a la velocidad mas probable es $\sigma_{act,0} = 13.3 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$. Con estos valores la sección transversal efectiva resulta:

$$\sigma^+ (D2 - Y, 404 \text{ cm}) = 10.6 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$$

Flujo Neutrónico de Westcott

Según el formalismo de Westcott, el flujo denominado de Westcott, ϕ_w (= Actividad

por átomo / sección transversal efectiva), resulta:

$$\phi_w (D2 - Y, 404 \text{ cm}) = 3.75 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Flujo Neutrónico Térmico

Utilizando el formalismo de Westcott [1,3], el flujo térmico resulta:

$$\phi_{th} (404 \text{ cm}, 10 \text{ kW}) = 4.2 \pm 0.1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1},$$

donde asumimos un error de 2%, producido básicamente por la actividad medida. Este valor esta referido a la potencia de trabajo que correspondió a 10 kW.

Flujo Neutrónico Epitérmico

Desde el formalismo de Westcott el flujo epitérmico se relaciona con el flujo térmico, según:

$$\lambda \frac{\phi_{epi}}{\phi_{th}} = \frac{r\sqrt{\frac{T}{T_0}}}{(1-br\sqrt{\frac{T}{T_0}})}$$

Con los valores de obtenidos resulta $\lambda = 0.013$, consecuentemente el flujo epitérmico es:

$$\phi_{epi} (404 \text{ cm}, 10 \text{ kW}) = 5.4 \pm 0.1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

Distribución de flujo en el tubo tangencial

Para determinar la distribución de los flujos neutrónicos térmicos y epitérmico en cada punto medido, se necesita únicamente el flujo térmico y epitérmico de la hojuela testigo, y los valores de la Tabla 4 de actividades térmicas y epitérmicas normalizadas. Para este fin se emplean las relaciones siguientes:

$$\phi_{th,j}(x) = \frac{A_{th,j}}{A_{th,T}} \phi_{th,T}$$

$$\phi_{epi,j}(x) = \frac{A_{epi,j}}{A_{epi,T}} \phi_{epi,T}$$

Conocido el valor de los flujos térmico y epitérmico para la testigo se construye la Tabla 6 donde se muestra la distribución de flujos para cada posición estudiada con un error inferior al 5%.

En base a los resultados obtenidos para determinar el máximo flujo realizamos un ajuste a un polinomio de grado 2, con lo que se obtuvieron los valores de 397.2 cm y 396.7 cm, con flujos de $4.5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, y, $3.7 \times 10^8 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ para el flujo térmico en las posiciones denominadas mas cercana (Y) y mas alejada (X) y para el flujo epitérmico en dichas posiciones correspondieron a $5.8 \times 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$, y $2.6 \times 10^6 \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ respectivamente.

Tabla 6: Resultados de los valores de flujo térmico y epitérmico para el tubo tangencial en las posiciones medidas, tanto para la posición mas cercana al núcleo, X, como para la más alejada, Y.

| Disco | Posicion (cm) | Desplazamiento | <Athn> | <Aepin> | Oth (cm-2s-1) | Err.Oth (cm-2s-1) | Oepi (cm-2s-1) | Err.Oepi (cm-2s-1) |
|-------|---------------|----------------|--------|---------|---------------|-------------------|----------------|--------------------|
| D1-Y | 415 | -3 | 0.645 | 0.645 | 2.7E+08 | 1E+07 | 3.5E+06 | 2E+05 |
| D1-X | 415 | -3 | 0.516 | 0.288 | 2.1E+08 | 1E+07 | 1.5E+06 | 8E+04 |
| D2-Y | 404 | +8 | 1.000 | 1.000 | 4.2E+08 | 8E+06 | 5.4E+06 | 1E+05 |
| D3-Y | 393.5 | +18.5 | 1.064 | 1.064 | 4.4E+08 | 2E+07 | 5.7E+06 | 3E+05 |
| D3-X | 393.5 | +18.5 | 0.885 | 0.494 | 3.7E+08 | 2E+07 | 2.6E+06 | 1E+05 |
| D4-Y | 383.7 | +28.3 | 0.829 | 0.829 | 3.5E+08 | 2E+07 | 4.4E+06 | 2E+05 |
| D5-Y | 374.9 | +37.1 | 0.385 | 0.385 | 1.6E+08 | 8E+06 | 2.1E+06 | 1E+05 |

| | | | | | | | | |
|------|-------|-------|-------|-------|---------|-------|---------|-------|
| D5-X | 374.9 | +37.1 | 0.351 | 0.196 | 1.5E+08 | 7E+06 | 1.0E+06 | 5E+04 |
|------|-------|-------|-------|-------|---------|-------|---------|-------|

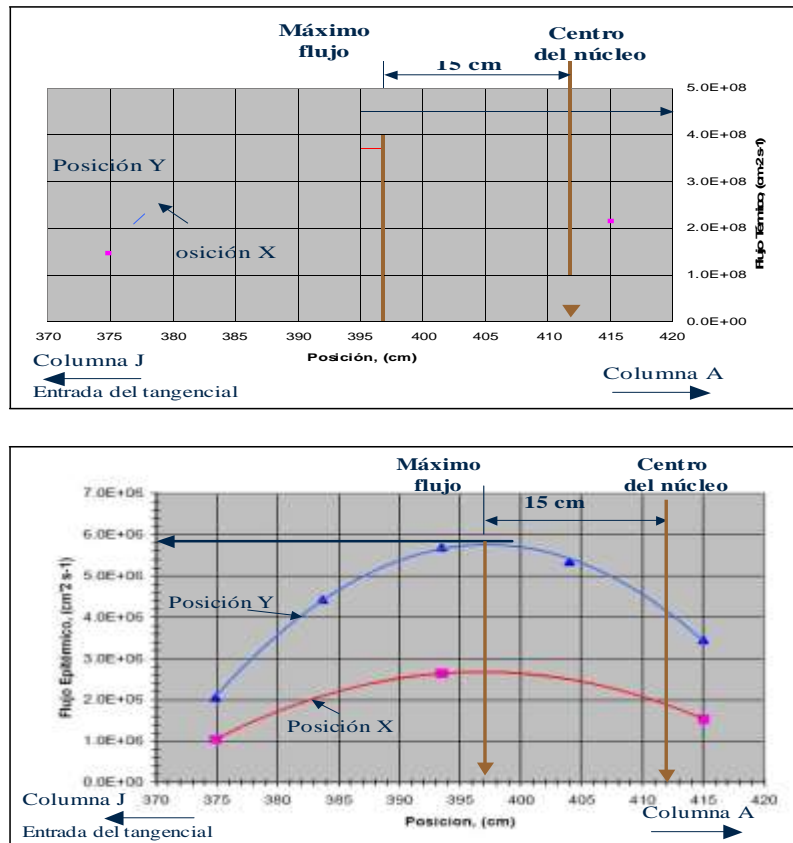


Figura 4: Distribuciones de flujo neutrónico térmico y epitérmico a lo largo del tubo tangencial del RP10 para la configuración 14, y una potencia de 10 kW, en las posiciones cercana (Y) y alejada (X) del núcleo respectivamente. La posición de máximo flujo se da a 15 cm respecto de la posición central del núcleo en dirección hacia la columna A.

4. Conclusiones

1. La altura del centro del núcleo a lo largo del conducto tangencial se encuentra a 412 cm desde el inicio del conducto, por lo que el máximo flujo se encuentra a 19 cm del centro siguiendo hacia la columna A o a 397 cm desde la entrada del tubo tangencial.
2. Para el uso del I-125 se requieren flujos epitérmicos de $1.0 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Si se requiere usar este conducto se debería desplazar los elementos combustibles hacia la pared contigua al tubo.
3. Se ha realizado una descripción detallada del tratamiento seguido a fin de poder repetir el mismo procedimiento en las mediciones a los otros conductos.
4. La incertidumbre en la determinación no mayor que 5% puede mejorarse para el caso de posicionar una muestra en el centro del tubo.
5. Las mediciones de estas distribuciones forman parte del programa de caracterización de las facilidades de irradiación del reactor nuclear, que está bajo la responsabilidad del proveedor de neutrones y el grupo de física de reactores. Datos que son relevantes para el

inicio del uso en el ámbito comercial o de investigación.

5. Agradecimientos

Al personal del Departamento de Operación del RP-10.

6. Referencias

- [1] Zúñiga A. Notas de Activación Neutrónica. Informe Interno, RACSO, 1988.
- [2] Zúñiga A. Medición del Flujo Neutrónico en el Conducto Radial 5. Informe Interno, RACSO, 1991.
- [3] IAEA. Fluence Measurements. TRS 107, 1975.
- [4] Beckurtz J. Neutron Physics. Spring Verlag:New York, 1964.
- [5] Robert F. Efficiency Determination. Meth. and Nucl. Inst. 1973.
- [6] Zijp F. Nuclear Experimental Data, 1979.
- [7] Mugabba C. Nuclear Data, 1981.
- [8] Selander W. Theoretical evaluation of self-shielding factors due to scattering resonances in foils. Chalk River:Ontario, 1960.

Avances en la construcción del sistema neumático de transporte de muestras para el reactor RP-10

Javier Gago*, Mario Mendoza, Ever Cifuentes, Yuri Hernández, Patricia Bedregal,
Pablo Mendoza, Oscar Baltuano

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

Resumen

En el presente trabajo se describe el diseño y construcción de un sistema neumático de transferencia de muestras para su irradiación, en una posición de la grilla del núcleo del reactor, y la aplicación de la técnica de análisis por activación neutrónica. Dicho sistema se ubica en uno de los laboratorios auxiliares y permitirá reducir la exposición del personal a la radiación, así como la automatización del proceso de irradiación. También se presentan los cálculos y pruebas de la estimación del tiempo de recorrido de la muestra encapsulada y los avances en la instalación del sistema.

Abstract

This paper describes the design and construction of a sample pneumatic transfer system to an irradiation position in the core of the RP-10 reactor, for the application of the neutron activation analysis technique. The system is located inside the laboratory and will permit minimize radiation exposure of personnel, as well as, the automation of the irradiation process. The calculations and tests of the estimated time, at which encapsulated samples take from the laboratory to the irradiation position and the progress in installing the system, are also presented.

1. Introducción

Desde la puesta en operación del reactor RP-10, el Departamento de Química, para el envío de muestras al reactor, ha empleado un sistema neumático, como la principal vía de irradiación y obtención de radioisótopos con fines analíticos.

El sistema instalado, en un principio, por la Comisión de Energía Atómica de Argentina (CNEA) presentaba fallas técnicas y era de operación compleja. Esto hizo necesario la instalación del sistema Rabbit finlandés (VTT –Finlandia), de diseño simple y funcional, el cual viene operando aceptablemente hasta la fecha.

Sin embargo, el cumplimiento con el sistema de gestión de la calidad, se hace necesario el registro de los datos generados en el proceso de irradiación como evidencia de trazabilidad analítica, labor que actualmente es realizada en forma manual.

Asimismo, es indispensable minimizar la tasa de exposición del personal involucrado disminuyendo el tiempo de manipulación de las muestras y/o fuentes radiactivas en concordancia al concepto establecido por ALARA (utilizar una dosis tan baja como

razonablemente sea posible, concepto establecido por ICRP en 1965).

Con la finalidad de implementar mejoras en el proceso de irradiación, se elaboró un proyecto internomultidisciplinario que involucra la construcción de un sistema neumático de transferencia rápida de muestras con un alto nivel de automatización y control digital de la información adquirida; considerando además, los aspectos de protección y seguridad radiológica.

Este reporte, detalla, el diseño y desarrollo estructural de la parte electromecánica del nuevo sistema neumático.

El transporte neumático es un sistema mecánico para el traslado de muestras encapsuladas, de un lugar a otro en un tiempo menor y de forma segura. Los puntos importantes se describen a continuación:

- Une ambientes críticos: como es el núcleo de irradiación y el laboratorio para su respectivo análisis.
- Tiene una gran flexibilidad: admite cualquier configuración, distancia o definición del sistema.

* Correspondencia autor: jgago@ipen.gob.pe

- Disminuye significativamente el tiempo de manipulación de las muestras irradiadas reduciendo la tasa de exposición del personal involucrado.

2. Descripción del Sistema Neumático

2.1 Sistema mecánico

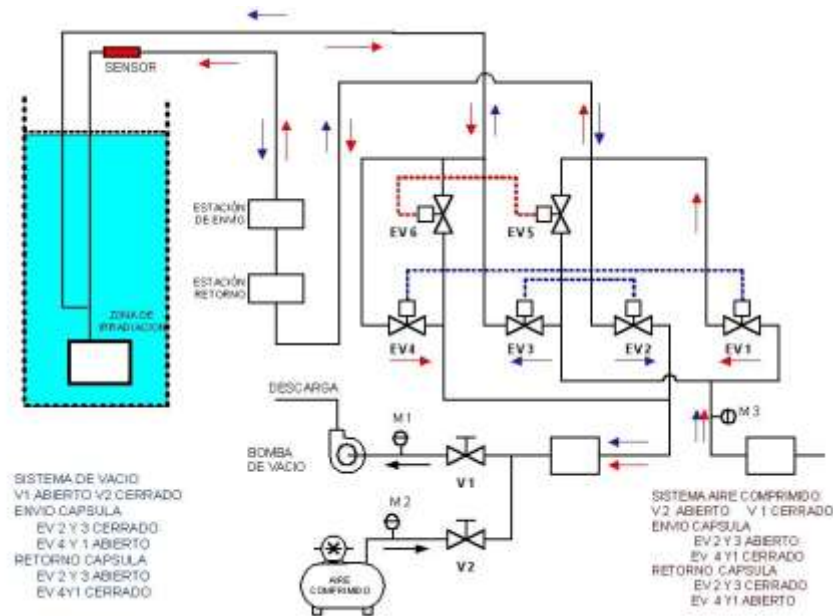


Figura 1: Representación esquemática del sistema neumático.

2.1.1 Cabezal de irradiación

Es la parte que irá sumergida en el tanque del reactor, esta compuesta por tubos de aluminio de código 1070 (pureza de 99.70 de Al) para evitar la activación de otros elementos metálicos y requieran un mayor tiempo de decaimiento. Esta estructura está conformada por tubos de aluminio de 32 mm de diámetro exterior y de 26 mm diámetro interior. La parte inferior denominada cabezal, es la sección alojada en la caja de irradiación, y es también donde la cápsula reposa en la parte interna de la tubería, posee un diámetro de 60 mm y zona donde convergen las dos tuberías de menor diámetro, mencionadas anteriormente.

2.1.2 Sistemas de electroválvulas

El control de envío de ensayos se basa en un conjunto de válvulas solenoides como se observa en la figura 1 y 2, el flujo de transporte es el aire generada por una bomba de vacío.

Además cuenta con una variante en caso de emergencia para poder trabajar con aire

Es la encargada del soporte y medio por donde se transporta una muestra encapsulada. El mecanismo que posibilita el envío y retorno de la cápsula, esta gobernada por las válvulas controladas electrónicamente, llamadas válvulas solenoide o electroválvulas como se observa en la figura 1:

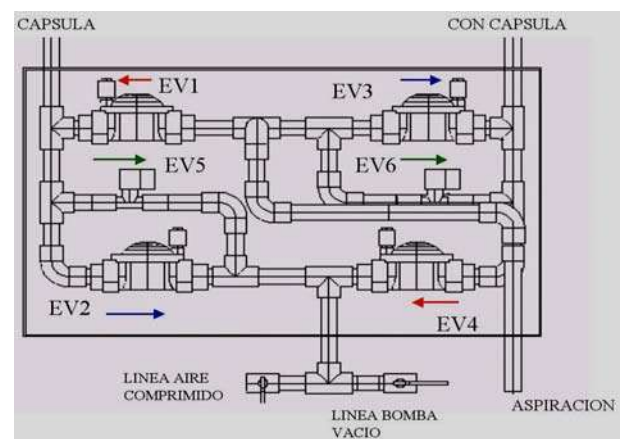


Figura 2: Representación pictográfica del sistema de electroválvulas.

comprimido. Posteriormente, este sistema será automatizado para un control programable.

2.1.3 Instalación de tuberías para transporte de muestras

Transporte neumático de la muestra desde el laboratorio N° 29 del Departamento de Química hacia el Reactor (Figura 3).

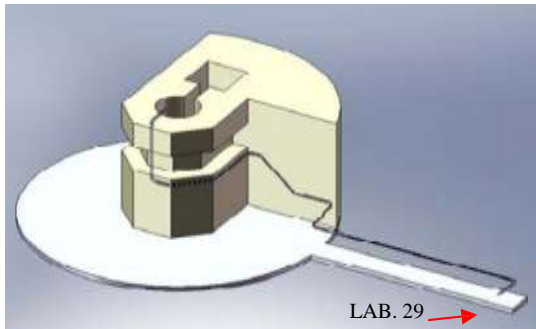


Figura 3: Recorrido de las tuberías del sistema neumático desde Nivel 11 m del reactor hasta el laboratorio N° 29.

2.2 Sistema de control eléctrico

Este sistema de control va orientado al orden de funcionamiento de las electro-válvulas, que hacen cambiar la dirección del flujo de aire (o gas inerte) según requerimiento, para el envío de muestras desde el laboratorio hasta la zona de irradiación y retorno de las mismas.

2.2.1 Diagrama Espacio – Tiempo[1]

Posee 6 electro-válvulas ensambladas de tal manera que, 4 de ellas están agrupadas de dos en dos, tienen la función de cambiar la dirección de recorrido del flujo de aire.

Para la acción de envío están destinadas las aperturas de las electro válvulas EV 1 y 4. Para retorno se activan la apertura de las electro válvulas EV 2 y 3. Para el registro del paso de la cápsula, antes de llegar a la celda de irradiación o retorno a la campana extractora del laboratorio, están destinadas las electro válvulas EV 5 y 6 que permitirán el ingreso de aire en sentido contrario a la dirección del flujo inicial, de tal manera que atenuará la velocidad de la cápsula al llegar a su destino. Asimismo, simultáneamente se apagará el sistema una vez registrado el envío o retorno de la muestra.

2.2.2 Diseño del tablero de control eléctrico

El sistema de componentes eléctricos es ineludible para todo el sistema neumático. Además, es la base para ser adaptado a cualquier tipo de control automático computarizado.

Este sistema eléctrico consta de un tablero de control y permite realizar manualmente el envío y retorno de la muestra, en casos que no se encuentre funcionando el sistema de control automático o se requiera un trabajo especial.



Figura 4: Diagrama espacio - tiempo sobre apertura y cierre de las electroválvulas.

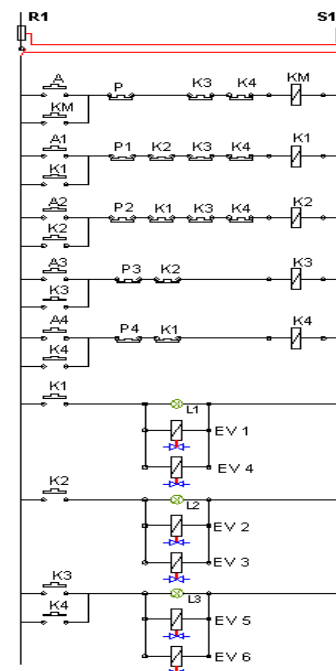


Figura 5: Esquema eléctrico del control de mando.

2.3 Sistema de control automático

El sistema eléctrico mecánico es controlado desde una computadora, donde se programará el intervalo de tiempo en que la muestra deberá permanecer en el sistema de irradiación. Adicionalmente, el sistema indicará el paso de la muestra por diferentes zonas de la tubería y medir la tasa de dosis con que retorna al laboratorio. Para ello es necesario, contar con un sistema electrónico que pueda controlar y hacer las interfases entre los diferentes componentes a controlar y medir.

3. Cálculos

Para este sistema neumático es necesario realizar los cálculos y estimar los parámetros de tiempo de envío, caudal del fluido,

presión, etc. y así, dimensionar y conocer los rangos de trabajo del sistema.

3.1 Cálculo de la fuerza de empuje

Se tiene como dato la presión con que trabaja la bomba de vacío. Manteniendo cerrado herméticamente el sistema de tuberías y válvulas debe alcanzar la presión de 0.022 psi. El trabajo de la bomba es generar una presión negativa respecto a la atmósfera (14.7 psi), pero en nuestro sistema funciona en el modo de circuito abierto, es decir no es hermético. A continuación se tiene una tabla de las diferencias de presiones que se generaría por variación de la instalación (pérdidas por presión, longitud de tubería, codos, válvulas). La presión existente genera una fuerza sobre el área de la cápsula según la siguiente relación:

$$P = \frac{F}{A}, \quad F = P * A \quad \dots\dots\dots (1)$$

El valor del área es:

$$A = \frac{\pi * D^2}{4} = \frac{\pi * (2.6)^2}{4} = 5.31 \text{ cm}^2$$

Variando la presión se tiene la fuerza de empuje que podría desplazar. Se tiene el peso de la cápsula que oscila entre 12.5 y 16.5 gr. Estas cápsulas pueden ser transportadas con diferencia de presiones de 1400kg.m⁻² (2 psi).

3.2 Caracterización del flujo (Número Reynolds)

Es un número adimensional que se obtiene como resultado de relacionar características del fluido, ducto y flujo. Es ampliamente utilizado en todos los campos de la mecánica de fluidos y también se usa para identificar los tres regímenes de flujo presentes en la inmensa mayoría de los procesos industriales.

Una propiedad notable de este número es que, con prescindencia de los valores que adopten cada una de las magnitudes intervinientes en su formulación, un determinado valor de Re indica un tipo de Régimen de Flujo[2,3]. Esto se define como:

$$Re = D.v.\frac{\rho}{\eta} \quad \dots\dots\dots (2)$$

donde:

D: Dimensión geométrica representativa de la sección del conducto (2.6 cm).

v: velocidad media del fluido que circula (25.1 m.s⁻¹).

ρ : Densidad del fluido en las condiciones de

flujo (1.22x10⁻³ gr.cm⁻³, a 20 °C, 1 Atm).

η : Viscosidad absoluta o dinámica del fluido

que circula. (1.73e-4 g.cm⁻¹s⁻¹).

Reemplazando datos, se obtiene:

$$Re = 44918 \quad \dots\dots\dots (3)$$

Con este valor se determina que el flujo es turbulento. Este tipo de flujo se caracteriza por trayectorias circulares erráticas, semejantes a remolinos. El flujo turbulento ocurre cuando las velocidades de flujo son generalmente muy altas o en fluidos en los que las fuerzas viscosas son muy pequeñas.

3.3 Pérdida de presión en electro válvulas

Para establecer el caudal de un fluido que pasa a través de una válvula a determinadas condiciones de presión diferencial, temperatura, densidad, viscosidad, etc. hay fórmulas, gráficos y tablas que se basan en el coeficiente de flujo de la válvula.

El valor se establece en forma experimental y se distingue como coeficiente de flujo “Kv” para el sistema métrico y como “Cv” para las medidas inglesas. Los cálculos son válidos solamente para la válvula totalmente abierta.

El coeficiente de flujo Kv es el caudal de agua en m³.h⁻¹ a temperatura normal que pasa a través de una válvula con una caída de presión de 1 bar. (Estos datos técnicos vienen indicados por fábrica).

Equivalencias.

$$Kv = 1 Cv = 1,17$$

Cálculo del Kv de dos o más válvulas.

- 2 o más válvulas iguales o de distintos tamaños dispuestas en serie:

$$\left(\frac{1}{Kv_t}\right)^2 = \left(\frac{1}{Kv_1}\right)^2 + \left(\frac{1}{Kv_2}\right)^2 + \dots \quad \dots\dots (4)$$

- 2 o más válvulas iguales o de distintos tamaños dispuestas en paralelo:

$$Kv_t = Kv_1 + Kv_2 + Kv_3 + \dots \quad \dots\dots (5)$$

Como dato se tiene Cv= 43[4] por lo tanto en

Kv=36.679. El sistema de electro válvulas esta dispuesta en serie y agrupadas de dos en

dos, por lo tanto se aplicará la ecuación 4, para este caso:

$$\left(\frac{1}{Kv_t}\right)^2 = \left(\frac{1}{36.679}\right)^2 + \left(\frac{1}{36.679}\right)^2$$

$$Kv_t = 25.94 \quad \dots\dots (6)$$

Aplicando las siguientes relaciones:

$$\Delta P = \frac{P_1}{2} \sqrt{\frac{P_1^2}{4} - C} \quad \dots\dots (7)$$

$$C = \delta_n \cdot T \left(\frac{Q}{500 \cdot Kv}\right)^2 \quad \dots\dots (8)$$

Donde

- ΔP : Caída de presión (Bar)
- P_1 : Presión aguas arriba (Bar)
- δ_n : Densidad relativa al aire en condiciones normales.
- T : Temperatura en °K
- Q : Caudal (m³/h)
- Kv : Coeficiente de flujo (m³/h)

Con los datos complementarios de:

$$P_1 = 0.98 \text{ bar}, \quad T = 20^\circ\text{C},$$

$$Kv = 25.94 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}, \quad \delta_n = 1$$

Se obtiene la siguiente caída de presión en el sistema de válvulas según el recorrido del flujo de aire.

$$\Delta P = h_{f1} = 0.003 \text{ bar} = 28.3 \text{ kg/m}^2$$

Expresado en metros de aire:

$$h_{f1} = 28.3 \text{ m} \quad \dots\dots (9)$$

3.4 Caída de presión por longitud de tubería

Es necesario tomar en cuenta las pérdidas de energía por la fricción que se produce entre las paredes de las tuberías o de los diferentes accesorios que conforman un determinado equipo.

Ecuación General del movimiento de Fluidos: el comportamiento de un fluido en tuberías siempre está acompañado del rozamiento de las partículas del fluido entre sí, y consecuentemente, por la pérdida de energía disponible, es decir, hay una pérdida de

La Fórmula de Darcy-Weisbach [2] es la fórmula básica para el cálculo de las pérdidas de carga en las tuberías y conductos. La ecuación es la siguiente:

$$h_f = f \cdot \frac{L}{D} \cdot \frac{V^2}{2g} \quad \dots\dots (10)$$

y para flujo turbulento según Blasius[2]:

$$f = \frac{0.316}{\text{Re}^{0.25}} \quad \dots\dots (11)$$

Donde h_f es la pérdida de energía en la tubería

L: longitud de la tubería

D: Diámetro interior

V: Velocidad media del fluido

f: Coeficiente de rozamiento

g: Gravedad terrestre 9.81 m.s⁻²

Reemplazando datos (Re= 44918), se tiene:

$$f = 0.0217 \text{ m} \quad \dots\dots (12)$$

La pérdida de presión por longitud de tubería es:

$$h_f = 0.0217 \cdot \frac{165}{0.026} \cdot \frac{V^2}{2 \cdot 9.8} \quad \dots\dots (13)$$

Para este caso sería la segunda pérdida de presión en función de la velocidad:

$$h_f = h_{f2} = 7.026 \cdot V^2 \quad \dots\dots (14)$$

3.5 Tiempo de Transporte de la cápsula

Para determinar el tiempo en que se desplaza la cápsula en la tubería de polietileno, se utilizará como dato el caudal de la bomba de vacío, donde se indica el volumen de aire que desaloja por unidad de tiempo según la siguiente relación:

$$Q = \frac{\text{Volumen}}{\text{tiempo}} \quad \dots\dots (15)$$

Q: Caudal de la bomba de vacío su valor es:

$$48 \cdot \frac{\text{m}^3}{\text{h}} \left(0.0133 \frac{\text{m}^3}{\text{s}} \right)$$

presión en el sentido del flujo.

El volumen que debe desalojar la bomba de vacío es la que ocupa la tubería y tiene una longitud de 165 m aproximadamente y la sección correspondiente al diámetro interno de 26 mm es $5.31 \times 10^{-4} m^2$

Por tanto el tiempo que tarda en desalojar todo este volumen de aire reemplazando en la ecuación (14):

$$\frac{5.31 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \times 165 \text{ m}}{t} = 0.0133 \frac{\text{m}^3}{\text{s}}$$

$$t = 6.59 \text{ s} \quad \dots\dots\dots (16)$$

Este valor sería para un recorrido libre de obstáculos (válvulas, codos, curvas, desniveles rozamiento, etc.) la velocidad con que se desplazaría la cápsula sería 25.1 m/s. Para este caso la explicación de los cambios de presión y caudal se basan en la ecuación de Bernuolli, que representa un balance de fuerzas sobre una partícula de fluido que se mueve a través de una línea de corriente, mientras que la primera ley de la termodinámica consiste en un balance de energía entre los límites de un *volumen de control*[2,3]. Dado que es más general y permite expresar los intercambios energéticos a lo largo de una corriente de fluido, como son las pérdidas por fricción que restan energía y las bombas o ventiladores que suman energía al fluido. La forma general para representar este fenómeno se expresa en la siguiente ecuación[2,5]:

$$\frac{P_1}{\gamma} + \frac{V_1^2}{2g} + Z_1 = \frac{P_2}{\gamma} + \frac{V_2^2}{2g} + Z_2 + h_f \dots (17)$$

Se tiene los siguientes datos:

$P_1 = 7171.31 \text{ Kg.m}^{-2}$ (valor absoluto obtenido a la salida de bomba), $V_1: 25.1 \text{ m.s}^{-1}$, $Z_1: 0 \text{ m}$, $P_2 = 10335.12 \text{ Kg.m}^{-2}$, $Z_2: 1.3 \text{ m}$, $h_f: h_{f1} + h_{f2}$, obtenidas por las ecuaciones (9) y (14).

Reemplazando estos datos en la ecuación (17) se obtiene:

$$V_2 = 19.35 \text{ m.s}^{-1} \quad \dots\dots\dots (18)$$

Por lo tanto, se estima que la velocidad inicial se reduce en un 77%. El tiempo de envío sería 8.5 segundos.

En un ensayo experimental se estableció una longitud de 100 m para el recorrido de la cápsula, resultando un tiempo de 4.5 segundos, este ensayo presenta una eficiencia de 88% sin considerar las pérdidas. Por lo tanto, se estima que con el sistema

instalado se puede tener una eficiencia del 75 %.

4. Desarrollo de Actividades

- Retiro de tuberías de pvc y válvulas de control.
- Retiro de cableado y sensores eléctricos.
- Instalación de tuberías polietileno.
- Construcción e instalación del sistema de electro válvulas.
- Adaptación de accesorio de acero inoxidable para la recepción y envío de la cápsula.

5. Conclusiones

- Se ha calculado un tiempo de 8.5 segundos para el envío o retorno de una muestra encapsulada.
- Se proyecta una eficiencia del 75%, esto va influir aumentando el tiempo de transporte de la cápsula.
- El sistema va tener la función para poder ser adaptado y operar con bomba de vacío o con aire comprimido, para casos de ventilación o emergencia.
- Se ha seleccionado electroválvulas con un Cv que produce una pérdida de presión de 28.3 Kg/m², este valor se reduciría al seleccionar electroválvulas de compuertas esféricas pero de costo relativamente alto para el presupuesto disponible.

6. Agradecimientos

A la Ing. Blanca Torres, Lic. Marco Ubillús, Ing. Rolando Arrieta, Ing. Rodión Santiváñez, Ing. Agustín Urcia, por el apoyo en la gestión para el desarrollo de este proyecto.

7. Bibliografía

[1] Carroble M, Rodríguez F. Manual de Mecánica Industrial II Neumática e Hidráulica. Edición 2002, España.
 [2] Streeter VL. Mecánica de los Fluidos, 4^o Edición 747.
 [3] Burghardt MD. Ingeniería Termodinámica. 2^o Edición México 1984.
 [4] Información técnica de Válvulas "ASCO" proporcionado por ABLCORP S.A. Lima Perú.
 [5] Miranda O, Campos D. Problemas de Mecánica de Fluidos e Hidráulica. CONCYTEC. Lima Perú 1988.

Determinación del quemado de los elementos combustibles del reactor nuclear RP-10 mediante el método de espectrometría gamma

Mariano Vela^{1,*}, Alberto Gallardo¹, José Castro¹, Luis Terremoto²

¹ Cálculo Análisis y Seguridad, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima, Perú

² Centro de Ingeniería Nuclear (CEN) del Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN/CNEN-SP- Brasil)

Resumen

Se presenta los valores de quemado para los elementos combustibles NN001, NN002, NN003 y NN004 del reactor RP-10, determinado mediante el método de espectrometría gamma utilizando como monitor de quemado el ¹³⁷Cs. Se describe el equipo y procedimiento experimental para la calibración y el barrido de los elementos combustibles. Los resultados muestran valores de quemado inferiores a los valores encontrados mediante el método de cálculo neutrónico, manteniendo una correlación entre los valores máximo y mínimo.

Abstract

We present the values of burn-up corresponding to the fuel elements: NN001, NN002, NN003 and NN004 of the RP-10 nuclear reactor determined by gamma spectrometry method. It was used the ¹³⁷Cs as a monitor of burn-up. It describes the equipment and experimental procedure for calibration and sweeping fuel elements. The results show that the values are lower than those founded by calculation method and maintaining a correlation between the maximum and minimum values.

1. Introducción

El quemado de combustible nuclear es el proceso por el cual material físil (²³⁵U, ²³⁹Pu) y material fértil (²³⁸U) disminuye cuando es sometido a irradiación con neutrones en un reactor. El reporte de quemado se hace en diferentes unidades: Energía liberada por tonelada de combustible [MWd/Ton], masa consumida [g], porcentaje consumido [%].

Existen diferentes métodos para determinar el quemado de combustible nuclear: métodos de cálculo (usando códigos de cálculo) y métodos experimentales como: espectrometría gamma de los productos de fisión, análisis radioquímico de los productos de fisión, mediciones de variaciones de reactividad, etc.

La evaluación del quemado de los elementos combustible es importante desde el punto de vista de la seguridad del reactor con la finalidad de no superar los límites establecidos en el diseño; y además permite efectuar configuraciones nucleares para alcanzar mayores niveles de flujo de neutrones en zonas específicas y mejorar la distribución de densidad de potencia en el reactor.

2. Elementos combustible del reactor RP-10

El combustible del reactor nuclear RP-10 es un óxido de uranio, U₃O₈, enriquecido al 19.75 % en ²³⁵U y disperso en una matriz de aluminio. Esta mezcla (material físil y dispersante) se denomina MEAT, cuyas medidas son: largo 615 mm, ancho 62.75 mm y espesor 1 mm.

El "meat" se encuentra en el interior de una placa de aluminio-magnesio haciendo en conjunto un espesor de 1.76 mm con un contenido aproximado de 17.5 gramos de ²³⁵U cada una y se denomina placa combustible.

Un elemento combustible normal, con denominación NN, consta de 16 placas combustible y hacen un total de 280gramos de ²³⁵U por elemento (Fig. 1) y un elemento combustible de control, denominado NC, consta de 12 placas combustibles, haciendo un total de 210 gramos de ²³⁵U.

* Correspondencia autor: mvela@ipen.gob.pe



Figura 1: Vista de un elemento combustible normal.

En la Figura 2a se observa el ancho del meat de 62.75 mm y las dos placas de aluminio-magnesio que la cubren, en un elemento combustible de 16 placas.

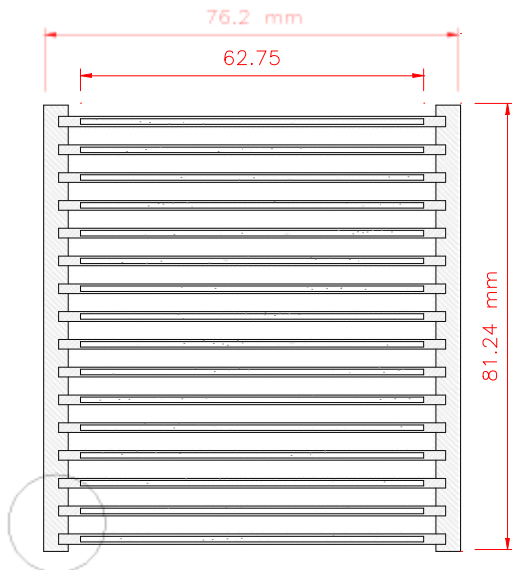


Figura 2a: Sección transversal de un elemento combustible normal.

En la Figura 2b se observa el detalle del espesor de placa de 1.76 mm y el espesor del meat de 1.0 mm, el canal de 3.3 mm es el espacio que hay entre placa y placa.

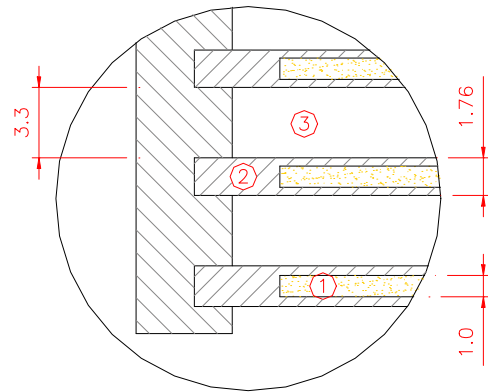


Figura 2b: Detalle: 1) MEAT, 2) Placa combustible, 3) canal de refrigeración.

3. Método de espectrometría gamma

El método de espectrometría gamma es una técnica no destructiva, basado en la medición de la actividad radiactiva proveniente del decaimiento de ciertos productos de fisión (monitores de quemado) cuya formación ha tenido lugar durante la irradiación de los elementos combustibles. Un monitor de quemado debe cumplir ciertas propiedades nucleares que permitan obtener buenos resultados, tales como: porcentaje significativo de formación del monitor, período de semi-desintegración largo comparado con el historial de irradiación, muy baja sección eficaz de absorción a neutrones para evitar quemado del mismo monitor, bajo poder de emigración a lo largo del elemento combustible.

3.1 Fundamento Teórico

La actividad de un elemento combustible normal, con respecto al monitor de quemado, es la contribución de las 16 placas combustibles que conforman dicho elemento [1]; esto es

$$D = 16lws\bar{\rho} \quad \dots\dots\dots (1)$$

donde

l, w, s : representan el largo, ancho y espesor del MEAT respectivamente.

$\bar{\rho}$: es el valor medio de la actividad específica gamma del MEAT.

El número de cuentas promedio registrado en el detector y la actividad gamma del elemento combustible esta dado por:

$$\bar{Q} = \bar{\rho}_{sy} \sum_{j=1}^{16} A_j \varepsilon_j k_1 k_3 k_2^{16-j} \quad \dots\dots\dots (2)$$

donde

\bar{Q} : es el número de cuentas netas promedio debido a las 16 placas que conforman el elemento combustible normal

y : fracción de emisión gamma del ^{137}Cs

$A_j \varepsilon_j$: es la eficiencia absoluta para la geometría fuente-colimador-detector. Tiene dimensiones de área debido a que el detector “ve” a través del colimador cierta región de las placas y evidentemente depende también de la abertura del colimador y de la posición relativa colimador placa combustible.

k_1 : factor de auto-atenuación lineal del MEAT

k_2 : factor que tiene en cuenta la atenuación lineal del conjunto: MEAT, placas de aluminio y espesor de la capa de agua de refrigeración del elemento combustible.

k_3 : factor de atenuación lineal de la capa de agua que separa el elemento combustible y el colimado inferior.

Igualando las expresiones (1) y (2) obtenemos la relación entre la actividad, D , y el número de cuentas netas promedio, \bar{Q} , obtenido en el proceso de barrido del elemento combustible.

$$D = \frac{16lw\bar{Q}}{y \sum_{j=1}^{16} A_j \varepsilon_j k_1 k_3 k_2^{16-j}} \quad (3)$$

El quemado de combustible se determina por

$$\Delta U = \frac{16lw\bar{Q}m_0f}{Y N_U^0 \lambda y k_1 k_3 \sum_{j=1}^{16} A_j \varepsilon_j k_2^{16-j}} e^{\lambda t_e} \quad (4)$$

donde

ΔU : masa de uranio quemado

Y : rendimiento del ^{137}Cs en la fisión del ^{235}U

N_U^0 : número de átomos iniciales de ^{235}U

m_0 : masa inicial del ^{235}U

λ : constante de decaimiento del ^{137}Cs

f : factor de corrección por decaimiento del ^{137}Cs durante los períodos de irradiación del elemento combustible [2].

$$f = \frac{\lambda \sum_{j=1}^n w_j t_j}{\sum w_j e^{-\lambda t_j} (1 - e^{-\lambda t_j})} \quad (5)$$

donde

w_j : potencia promedio relativa a la cual fue sometido el elemento combustible

n : número de periodos de irradiación

t_j : tiempo de duración del periodo j

t_j : intervalo de tiempo transcurrido entre el final del período j y el inicio del período $j+1$.

3.2 Técnica experimental

La técnica consiste en guiar la radiación gamma desde el elemento combustible ubicado en la pileta auxiliar (1.8 metros por debajo del nivel libre de agua) hasta un detector de GeHP (ubicado en el borde de la pileta) [3,4].

El mecanismo de barrido consta de dos plataformas con movimientos transversales y un tubo guía vertical de aluminio ($\varphi = 32$ mm, $L = 3.4$ m) con colimadores de plomo de 6 mm de diámetro interno en ambos extremos [5].

Haciendo un barrido longitudinal y transversal sobre la parte activa del combustible se obtiene perfiles de actividad del monitor de quemado, los cuales están relacionados directamente con el grado de quemado del ^{235}U .

3.3 Procedimiento de medición

El procedimiento experimental se realizó en dos secuencias: la primera consistió en la calibración para hallar la eficiencia absoluta del sistema de medición y la segunda consistió en el barrido longitudinal del elemento combustible para obtener los perfiles de actividad del ^{137}Cs .

En la calibración se usó una fuente patrón de ^{137}Cs de 14.08 mCi y diámetro activo 6 mm colocado por debajo del colimador inferior y en una placa de acrílico con cavidad central para alojar a la fuente. El tiempo de conteo se fijó en 30 minutos y se tomo tres lecturas para hallar una eficiencia promedio.

El elemento combustible se colocó sobre la plataforma fija, quedando las caras de las placas combustibles, horizontalmente y perpendicular al eje del tubo guía, con una separación aproximada de 0.3 cm entre la placa superior del elemento combustible y el colimador inferior.

El barrido se realizó a lo largo de la parte activa de las placas combustible siguiendo tres líneas paralelas en un rango de 61.5 cm y separadas 2.5 cm una de la otra.

En la Figura 3 se muestra la disposición experimental del mecanismo de barrido: en el fondo se ubica el elemento combustible, desde donde se dirige el tubo guía hasta el detector de GeHP en el borde de la pileta. En la Tabla N° 1 se presenta un resumen del historial de irradiación y las fechas en que fueron medidos para determinar su quemado. Todos los elementos ingresaron al núcleo del RP-10 en noviembre de 1988.



Figura 3: Disposición experimental del mecanismo de barrido.

El perfil de actividad para el ^{137}Cs , se obtiene para cada elemento combustible haciendo un barrido longitudinal a todo lo largo del meat (61.5 cm), tal como se muestra en la fig. 4, en donde se observa 2 picos a los extremos debido a la reflexión de neutrones por el moderador y un punto máximo en la curva como indicador del mayor quemado en el combustible.

Tabla 1: Datos de los elementos combustibles a los cuales se ha medido su quemado.

| Elemento Combustible | Fecha de salida (d/m/a) | Fecha de barrido (d/m/a) | Tiempo de decaimiento (d) |
|----------------------|-------------------------|--------------------------|---------------------------|
| NN 001 | 15/03/2006 | 16/11/2006 | 246 |
| | | 09/03/2007 | 359 |
| | | 14/03/2007 | 364 |
| | | 21/06/2007 | 463 |
| | | 09/08/2007 | 512 |
| | | 22/11/2007 | 617 |
| NN 002 | 12/06/2003 | 15/11/2006 | 1252 |
| | | 16/03/2007 | 1373 |
| | | 21/06/2007 | 1470 |
| | | 10/08/2007 | 1520 |
| | | 28/11/2007 | 1630 |
| NN 003 | 12/06/2003 | 09/11/2006 | 1246 |
| | | 17/03/2007 | 1374 |
| | | 05/07/2007 | 1484 |
| | | 17/08/2007 | 1527 |
| NN 004 | 12/06/2003 | 28/10/2006 | 1234 |
| | | 09/03/2007 | 1366 |
| | | 05/07/2007 | 1484 |
| | | 23/08/2007 | 1533 |

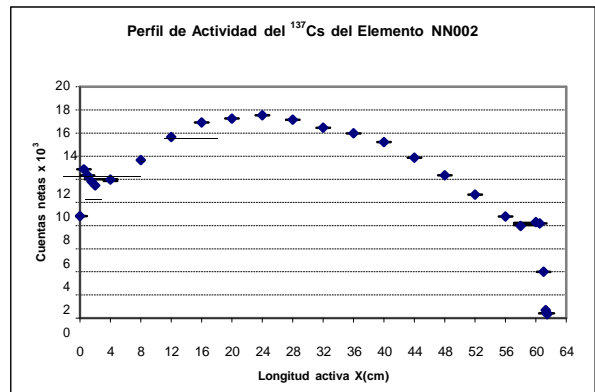


Figura 4: Perfil de actividad del ^{137}Cs para el Elemento Combustible NN002. El barrido se inició desde la boquilla del elemento combustible.

4. Tratamiento de Datos y Resultados

Se determinó la actividad promedio \bar{Q} para los perfiles de actividad y mediante la ecuación N° 4 se determinó la cantidad de ^{235}U fisionado. Para determinar el factor f, se trabajó en hoja de cálculo excel, en donde se considera el historial de irradiación del elemento combustible, esto es: día y hora en que el reactor llega crítico, potencia, tiempo de operación, así como las fluctuaciones de potencia durante la operación.

Tabla 2: Valores de quemado determinado experimentalmente y por cálculo neutrónico.

| Elemento Combustible | Quemado promedio | |
|----------------------|------------------|-----------|
| | Experimental (%) | Cálculo * |
| NN001 | 46.00 ± 1.2 | 46.62 |
| NN002 | 43.06 ± 1.19 | 44.67 |
| NN003 | 43.56 ± 1.52 | 44.94 |
| NN004 | 47.77 ± 1.53 | 46.76 |

* Ref. [6 y 7]

5. Conclusiones

A partir de los resultados parciales obtenido en las fechas de barrido para cada elemento combustible (tabla N° 1), se observa que los valores presentan una buena correlación estadística dentro de los límites de precisión del método.

Los promedios finales están en buena correlación con los resultados obtenidos por cálculo neutrónico.

En conclusión estos resultados nos muestran que la aplicación del método de espectrometría gamma, utilizando como monitor de quemado el ^{137}Cs , es confiable, y servirán para validar los resultados obtenidos mediante el cálculo neutrónico.

6. Agradecimientos

Al Grupo de Operación del RP-10 por su participación en los turnos prolongados para la realización de las experiencias de barrido de los elementos combustibles.

7. Bibliografía

[1] Kestelman A, Riveiro G. Determinación del quemado de combustible tipo MTR mediante espectrometría gamma con cristal de NaI(Tl). Informe Técnico CNEA-CAB, San Carlos de Bariloche, Octubre de 1990.

[2] Bivichev B, Majorov Y, *et al.* The problem of determining fuel burnup from the Cs-134/Cs-137 activity ratio. En: International Atomic Energy Agency. Proceeding of a Symposium on Nuclear Safeguards Technology. Vol. I; 1978 october 2-6; Vienna: Austria; 1979.

[3] Hanna GL. Safeguards verification of spent material testing reactor (MTR) fuels using gamma-ray spectrometry. Australia, IAEA-SM-231/132.

[4] Herbert S. Determination of uranium and plutonium in nuclear fuels. Verlag Chemie, Kernchemie in Einzeldarstellungen, Vol. 5.

[5] Tsujimura S. Applicability of non-destructive assay techniques to spent fuels from boiling water reactors. En: International Atomic Energy Agency. Proceeding of a Symposium on Nuclear Safeguards Technology. Vol. I; 1978 october 2-6; Vienna: Austria; 1979. p. 305.

[6] Gallardo Padilla A. Cálculo de consumo y quemado del ^{235}U de los elementos combustibles del RP-10. Informe Interno IPEN, 09-01-2008.

[7] Gallardo Padilla A. Cálculo con WIMNSD4 para el RP-10 del consumo y quemado el ^{235}U y de la relación captura/fisión (α), Informe Interno IPEN.

Medición indirecta de la actividad de iridio-192 con un teledetector versátil de 12 metros

Luis Zapata*, Rolando Arrieta, Agustín Urcia, Fernando Ramos, Edgard Ovalle
Departamento de Operación de Reactores, Instituto Peruano de Energía Nuclear,
Avenida Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

Las tareas que se realizan en el recinto del reactor RP-10, son optimizadas constantemente con la finalidad de lograr la dosis más baja posible para el personal involucrado [1]. Una de las tareas es verificar que la actividad de las fuentes de Ir¹⁹² irradiadas en el RP-10, cumplan con lo solicitado por la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR). Para tal efecto, se emplea un Teledetector FAG modificado y versátil, con el fin de ubicarnos al lado opuesto de la dirección del haz primario de radiación mediante una extensión flexible de 12 metros y obtener valores indirectos de la actividad de esas fuentes de radiación.

Abstract

The tasks are performed within the perimeter of the RP-10 reactor are continuously optimized in order to achieve the lowest possible dose for the personnel involved [1]. One of those tasks is to verify that the activity of the sources of Ir¹⁹² irradiated in the RP-10, to comply with the request of the Production of Radioisotopes Plant (PPR). To this end we use a Teledetector FAG, modified and versatile in order to locate the opposite direction of the primary beam of radiation through a flexible extension of 12 metres and get indirect values of the activity of these sources of radiation.

1. Introducción

El reactor RP-10 está activando hojuelas de iridio para producir fuentes de Ir¹⁹², muy utilizadas para ensayos no destructivos por gammagrafía. Antes de entregar la fuente de irradiación a la Planta de Producción de Radioisótopos (PPR), es necesario determinar la actividad alcanzada. Se conoce la relación directa que hay entre la tasa de dosis y la actividad de un material dado, para una distancia determinada [2]:

$$\dot{X} = \frac{\Gamma A}{d^2}$$

Donde:

$$\dot{X} = \text{Tasa de dosis (rem / h)}$$

A: Actividad del blanco de Iridio.

d: Distancia considerada al punto de medición (m).

Γ : Factor gamma (rem * m² / h * Ci).

Esta relación nos permite conocer las actividades que se van alcanzando, antes de su envío a la PPR y entregar una actividad razonable de acuerdo con el régimen de operación. El cumplimiento de esta tarea supone cumplir con 2 objetivos:

a) Inicialmente, en la fase de pruebas, obtener el valor más exacto de tasa de dosis para transformarlo en actividad.

b) Al convertirse esta actividad en rutinaria se implementó la optimización para reducir la dosis que recibe el personal involucrado, en particular la del Oficial de Radioprotección, quien inicialmente realizaba la medición del haz principal de radiación a 3 metros. Actualmente, se cumple ambos objetivos en la entrega y la optimización de la dosis.

2. Materiales y Métodos

2.1 Infraestructura e implementos

- Celda caliente del RP-10 (concreto).
- Colimador del haz primario (plomo).
- Tablero para ubicar la sonda.
- Teledetector FAG FH40F3 hasta 1 Sv/h con calibración vigente[3].
- Extensión de 12 metros de cable.

2.2 Condiciones

- Encender la cadena de monitoreo de áreas en condición de medición.
- Enclavamiento de los sas de ingreso al recinto y control por circuito cerrado de cámaras de televisión.

* Correspondencia autor: lzapata@ipen.gob.pe

- Comunicación entre sala de control y recinto con radios portátiles.
- Participación exclusiva de personal de operación y oficial de radioprotección licenciado [4].

2.3 Desarrollo Experimental

2.3.1 Tareas Previas

- Señalar punto de colocación del “can” en el interior de la “celda caliente”.
- Ubicar punto de medición verificando el alineamiento y la perpendicularidad entre la fuente y el detector (figura1).

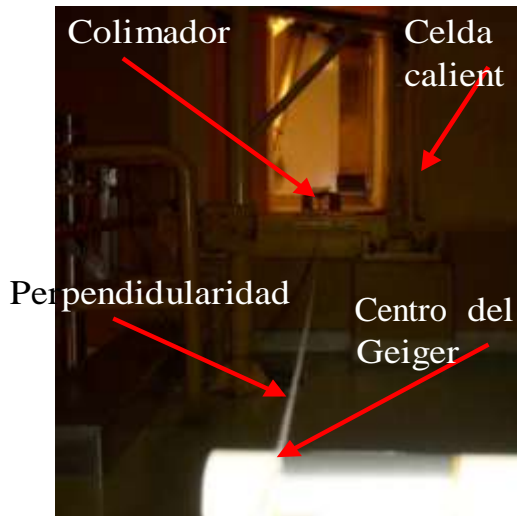


Figura 1: Proceso de acondicionamiento en la celda caliente, fuente, detector y alineamiento.

- Fijar el punto de medición a una altura apropiada (sobre una mesa), para garantizar la repetibilidad.
- Colocar ladrillos de plomo para colimar el haz primario de irradiación (ver figura 2).

2.3.2 Medición

- Acondicionar equipo de medición y protección (ver figura 3).
- Extraer caja de irradiación (con blanco) del núcleo hacia pileta auxiliar.
- Subir caja a celda caliente y extraer “can” a medir.
- Ubicar “can” en punto de medición.
- Bajar caja de celda caliente hacia pileta auxiliar.
- Abrir portón de celda caliente.
- Realizar medición de tasa de dosis.

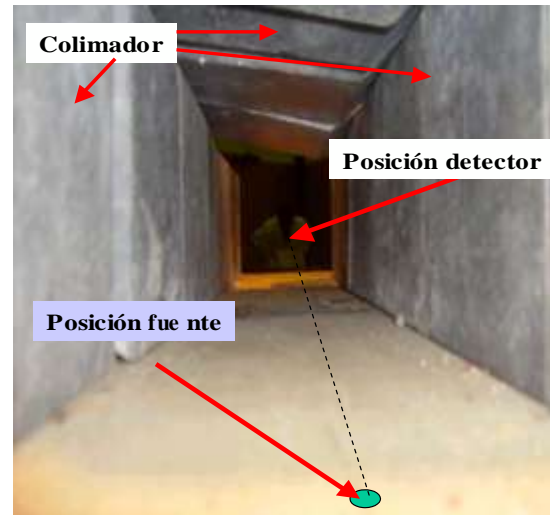


Figura 2: Sistema de colimación mostrando la posición de la fuente, el detector, línea de mira y el material de plomo.

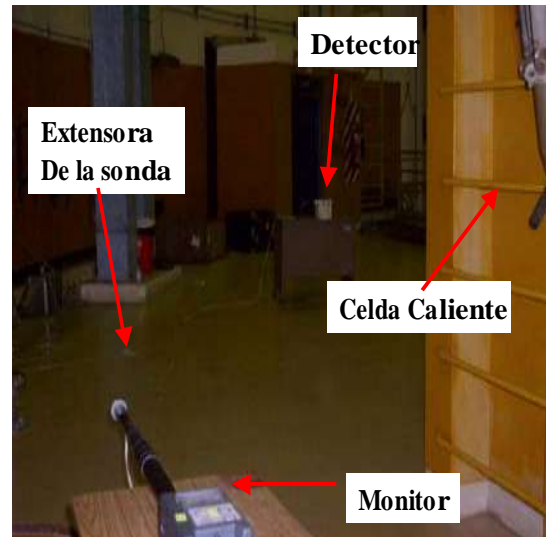


Figura 3: Sistema de medición indicando la posición del detector y el lugar de lectura.

2.3.3 Reporte de resultados

- Registrar valor de tasa de dosis.
- Hallar la actividad.
- Registrar el valor hallado.

3. Resultados y Discusión

De la relación presentada, se puede hallar las actividades de las muestras, según:

$$A = \frac{X \cdot d^2}{\Gamma}$$

Siendo Γ : conocido de $0.48 \text{ rem}\cdot\text{m}^2/\text{h}\cdot\text{Ci}$ para el iridio y manteniendo una distancia constante de 6 m Factor gamma, se halla un factor ($F = 0.075$) que transforma la tasa de dosis (mrem/h) en actividad (Ci).

Con esto tenemos los siguientes resultados:

Tabla 1: Valores hallados por medición indirecta.

| Código "can" | Valores medidos [4]. (mrem/h) | Actividad Calculada (Ci) |
|--------------|-------------------------------|--------------------------|
| IR-08 | 307 | 23 |
| IR-10 | 280 | 21 |
| IR-14 | 307 | 23 |
| IR-15 | 320 | 24 |
| IR-16 | 307 | 23 |

La medición correcta de la actividad de Ir^{192} debe tener en cuenta los días transcurridos desde su activación en el núcleo del reactor. Dependiendo de este tiempo se aplica un factor de corrección que incluye la distorsión que origina la presencia de otros isótopos de Iridio.

Tabla 2: Comparación de actividad reportada por el RP-10 y PPR.

| Código "can" | Reporte "RP-10" (Ci) | Reporte PPR [5]. (Ci) | % de error |
|--------------|----------------------|-----------------------|------------|
| IR-08 | 23 | 22 | 4.5 |
| IR-10 | 21 | 20 | 5.0 |
| IR-14 | 23 | 22 | 4.5 |
| IR-15 | 24 | 25 | 4.0 |
| IR-16 | 23 | 21 | 9.5 |

Estas mediciones nos permiten poder entregar los pedidos garantizando actividades con errores menores al 10 %.

Tabla 3: Relación de tasa de dosis entre el haz primario, la medición anterior y actual.

| Haz primario | * \bar{X} anterior | * \bar{X} actual |
|---------------------------|----------------------|--------------------|
| 40 | 2.2 | 0.55 |
| Dosis evitada en operador | | 75 % |

El cambio realizado en el detector FAG FH40F3, al colocarle una extensión de 12 metros de cable, es fundamental para reducir

la dosis del personal que realiza este tipo de mediciones.

4. Conclusiones

La medición indirecta de actividad de Iridio-192 realizada en el RP-10 es muy confiable y permite aprobar o no el pedido realizado por la PPR.

Es pertinente mencionar que en el mercado de los Teledetectores no hay aquellos que sean flexibles y versátiles y permitan que la lectura de la tasa de exposición sea tomada ubicándose al lado opuesto a la dirección del haz primario de radiación.

5. Referencias

- [1]. Organismo Internacional de Energía Atómica. Normas básicas internacionales de seguridad para la protección contra las radiaciones ionizantes para la seguridad de las fuentes de radiación. Colección de Normas de Seguridad 115. Vienna: Austria; 1996.
- [2]. Universidad de Buenos Aires. Curso de postgrado en Protección Radiológica y Seguridad Nuclear- Separatas de clase. Buenos Aires: Argentina; 1996.
- [3]. FAG Kugelfischer Georg Schelfetr – Manual del Usuario de Detector FAG FH-40F1 –F6, enero, 1986.
- [4]. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Reglamento de Seguridad Radiológica. Lima: Perú; mayo 1997.
- [5]. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Departamento de Operación. Área de Seguridad Radiológica. Cuaderno de actividades diarias año 2007.
- [6]. Reporte de actividades de fuentes radiactivas medidas en la PPR (Comunicación escrita del Jefe de Producción).

Instalación de la facilidad de análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos

Marco Munive^{1,*}, José Solís^{1,2}, Javier Gago¹

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

² Universidad Nacional de Ingeniería, Av. Tupac Amaru 210, Lima, Perú

Resumen

El análisis de activación neutrónica de gammas inmediatos (PGNAA) es una técnica analítica nuclear no destructiva para la determinación de elementos y su composición en el material. Cuando una muestra es irradiada con un haz de neutrones, se tiene que debido a la captura neutrónica instantáneamente se emiten rayos gamma. Esta técnica analítica se viene implementando en la sala experimental del reactor nuclear RP-10 en el conducto de irradiación N° 5. El haz de neutrones de dicha facilidad es filtrado y moderado por un cristal de zafiro. La muestra a analizar se coloca en un porta muestra de aluminio que esta revestida de blindaje neutrónico (LiF) y para detectar los rayos gamma inmediatos se cuenta con un sistemas de detección: con detector semiconductor de GeHP con una eficiencia de 35% en referencia a un NaI(Tl). Se lograron espectros de gammas inmediatos de muestras de ácido bórico y cloruro de sodio.

Abstract

The prompt gamma neutron activation analysis (PGNAA) is a non destructive nuclear technique for elemental analysis. The samples is irradiated by neutrons and due to the neutron prompt capture gamma rays are emitted. This technique is being implemented in the experimental room of the RP10 reactor in the irradiation facility No. 5. The neutron beam is filtrated and moderated with a Sapphire crystal. The sample is in a Al container that has a neutron shield (LiF) and the prompt gamma rays are detected with a GeHP detector with an efficiency of 35% respect to NaI(Tl). Prompt gamma spectra of the acid boric and sodium chloride has been obtained.

1. Introducción

El análisis elemental no destructivo de una muestra es sumamente importante en muchas aplicaciones y el análisis de activación neutrónica de gammas inmediatos (PGNAA) cumple con ese requisito. Las muestras son irradiadas con un haz de neutrones y se detectan los rayos gamma provenientes de la captura neutrónica (Figura 1). Contrariamente al análisis por de activación neutrónica convencional (NAA), la irradiación y la detección son simultáneas. Las energías e intensidades de los picos son independientes del estado químico del material, por ende, no hay efectos de matriz. En contraste con muchas técnicas de análisis elemental, los neutrones como los rayos gamma son sumamente penetrantes dando la composición media de todo el volumen irradiado.

El PGNAA se basa en la detección de los fotones gamma producidos de la interacción de los neutrones con la materia y tienen una

vida media del orden de 10^{-15} s, lo cual implica que no produce residuo radiactivo.

Los fotones gammas inmediatos poseen energías típicas para cada elemento; por ejemplo; en el caso del hidrógeno tiene fotones característicos de 2.24 MeV. La intensidad de los picos en el espectro gamma nos dará la concentración del elemento en la muestra.

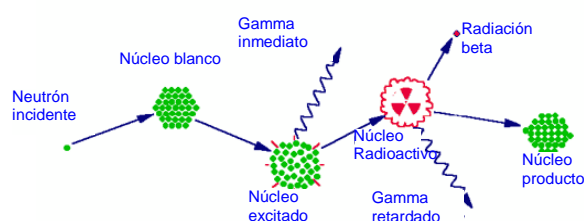


Figura 1: Proceso de interacción neutrónica y producción de gammas [1].

2. Fundamento Teórico

Los neutrones son producidos en reactores nucleares, pero también se podría usar

* Correspondencia autor: mmunive@ipen.gob.pe

fuentes radiactivas tales como ^{252}Cf y $^{241}\text{Am-Be}$. Para lograr la emisión de gammas inmediatos de los elementos se requiere de neutrones térmicos; es decir; neutrones con energía promedio de 0.025 eV, esto se logra disminuyendo la energía de los neutrones usando moderadores o termalizadores.

La probabilidad de interacción de los neutrones con el núcleo esta representada por su sección eficaz y depende de la energía del neutrón. Los neutrones interactúan de varias maneras con los núcleos, tal como se observa en la Figura 2, pero en forma general podríamos decir que las interacciones son del tipo de absorción y dispersión [2].



Figura 2: Esquema de interacciones neutrón materia [2].

El tipo de interacción que interesa en la técnica PGNAA es la captura neutrónica (electromagnética) y la desexcitación del núcleo se realiza por la emisión de una radiación electromagnética (n, γ). El tiempo de emisión del mismo puede ser instantáneo (10^{-13} s) o retardada ($>10^{-13}$ s). La emisión instantánea se conoce como gammas inmediatos y en la Tabla 1 se presenta las secciones eficaces de algunos elementos [3].

Tabla 1: Secciones eficaces de captura y energía de rayos gamma inmediatos típicos, por elemento.

| | E_γ (keV) | σ_γ (E γ) (b) | | E_γ (keV) | σ_γ (E γ) (b) |
|----|---------------------|--------------------------------------|----|---------------------|--------------------------------------|
| H | 2223 | 0.3326 | Si | 3538 | 0.1190 |
| C | 4945 | 0.00261 | Cl | 1164 | 8.91 |
| O | 870 | 1.77E-4 | P | 512 | 0.079 |
| N | 5269 | 0.0236 | Mg | 3916 | 0.0320 |
| Na | 90.99 | 0.235 | Fe | 7631 | 2.55 |
| Ca | 1942 | 0.352 | Al | 4259 | 0.0153 |

Como el análisis en la técnica de PGNAA se realiza durante la irradiación, esto requiere que el sistema de detección tenga un mayor blindaje radiológico para campos mixtos. Los neutrones podrían dañar el detector. Una forma de disminuir esto es atenuar lo mejor posible los neutrones que tienen una energía superior a los térmicos. La técnica PGNAA detecta elementos con secciones eficaces de captura grandes (B, Cd, Sm, y Gd), estos elementos decaen rápidamente y son de difícil detección por NAA [4].

Para realizar la determinación de las concentraciones de un elemento en una muestra, se requiere tener una calibración previa en energía y eficiencia usando fuentes de Cs137 y Co60. Para probar la calibración se requiere ubicar un fotopico de mayor energía cercana a 11 MeV, para lograrlo se usa muestra típicas capaces de generar fotones inmediatos de baja y alta energía, como muestras de boro y NaCl. [5]. Después de la calibración se procede a la estimación de la concentración de un elemento (ppm) en una muestra desconocida y comparar los resultados con los logrados para una muestra estándar, esta comparación se realiza calculando el área bajo el pico del espectro de fotones gamma registrado. Este pico corresponde a la posición de un fotón gamma característico de un elemento en la muestra, y se relaciona con los datos logrados con la muestra Standard.

$$\frac{A_{sam}}{A_{std}} = \frac{m_{sam} (e^{-\lambda T_d})_{sam}}{m_{std} (e^{-\lambda T_d})_{std}}$$

donde A es la actividad de la muestra (sam) y el Standard (std), m es la masa del elemento, λ es la constante de decaimiento por isótopo, y T_d es el tiempo de decaimiento.

3. Facilidad instalada

La técnica PGNAA se esta implementando en el conducto de irradiación N° 5. A la fecha, se han ejecutado las siguientes etapas:

3.1 Colimación interna

El conducto de irradiación N° 5 posee dos partes: una parte móvil que es un tubo de aluminio de 25 cm de diámetro y 100 cm de longitud que se encuentra sumergida en la piscina del reactor y un tubo cilíndrico de acero de 22 cm de diámetro y 220 cm de

longitud que se encuentra empotrado en la pared del reactor. En este tubo se colocó un colimador cilíndrico metálico hueco lleno con polietileno de 80 cm de longitud y 5 cm de diámetro. También se dispone de un cilindro de parafina de 15 cm de longitud y de la misma sección transversal, pero en la parte interna se coloca un cristal de zafiro de 5 cm de diámetro y 10 cm de longitud. Este dispositivo busca reducir la sección del haz de neutrones y al mismo tiempo filtra los neutrones rápidos y fotones gamma que emergen del conducto [6].

3.2 La colimación externa y blindaje radiológico

La colimación externa se realizó con un colimador de aluminio revestido de LiF y se tiene una región cúbica donde se coloca la muestra. Alrededor de esta región cúbica se tienen orificios sin blindaje por donde se puede detectar los fotones gamma producidos en la muestra y a continuación a estos orificios se coloca un blindaje para la radiación gamma para proteger el detector.

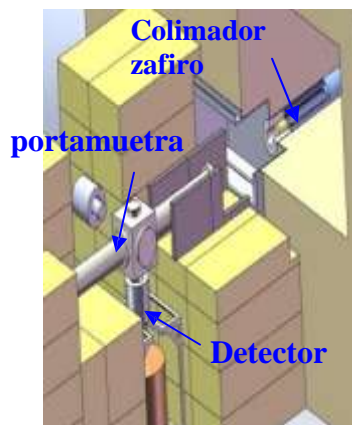


Figura 4: Arriba, esquema general de la instalación de facilidad, abajo fotografía de portamuestra de aluminio, con soporte de muestra y blindaje primario del detector de GeHP.

3.3 Sistema de detección y cadenas espectrometría

Se tiene un sistema de detección que consta de un detector semiconductor de GeHP, marca Ortec modelo GMX, tipo POP TOP, con una eficiencia de 35% de detección (referencia a NaI(Tl) 3"x3") y una cadena formado por una fuente de alta tensión (HV, marca Ortec), un amplificador, un convertidor análogo digital (ADC) y un multicanal modelo S100. El detector de GeHP posee una geometría de detección vertical y logra tener una resolución de 1.64 keV (Figura 4).

4. Resultados

El flujo de neutrones medido en la posición de la muestra es de $3.2 \times 10^4 \text{ n cm}^{-2}\text{s}^{-2}$ a una potencia térmica de operación del reactor de 320 kW y las tasas de exposición en la posición de ambos detectores y del operador en el aire fue menor a 2,2 mR/h y 180 $\mu\text{R/h}$, respectivamente.

Usando ambos sistemas de detección se logra apreciar picos de fotones gamma característicos, tales como el de aniquilación (511 keV) y el fotón del hidrogeno (2223 keV), este espectro se colectó en un tiempo de 1800 s y sin muestra (Figura. 5).

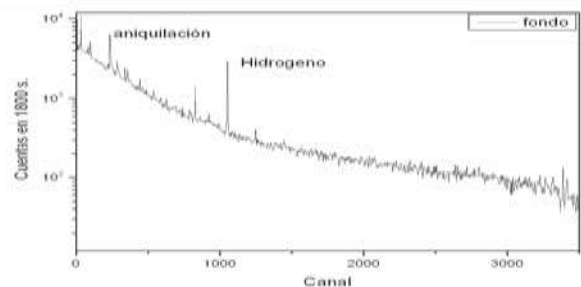


Figura 5: Espectro de fondo para el detector de GeHP.

Posteriormente, se midió el espectro de 5 g de ácido bórico enriquecido con boro 10 y se logró registrar los fotones que se encuentran alrededor de 470 keV provenientes de la reacción $\text{B}(n,\alpha)\text{Li}$ (Figura 6).

Para observar la respuesta del sistema a mayores energías se utilizó 20 g de NaCl porque el Cl tiene fotones gamma en 1161 keV, 1951 keV, 1959 keV y 6110 keV.

El sistema logra detectar los picos y tuvo la capacidad de resolver los picos correspondientes a los fotones de 1951 keV y

1599 keV con el sistema de detección vertical (ver Fig. 7).

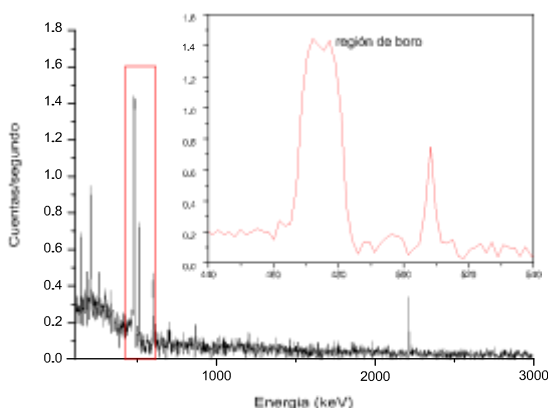


Figura 6: Espectro PGNAA del ácido bórico obtenido en 1 h. Se resalta la zona de boro en los alrededores de 470 keV.

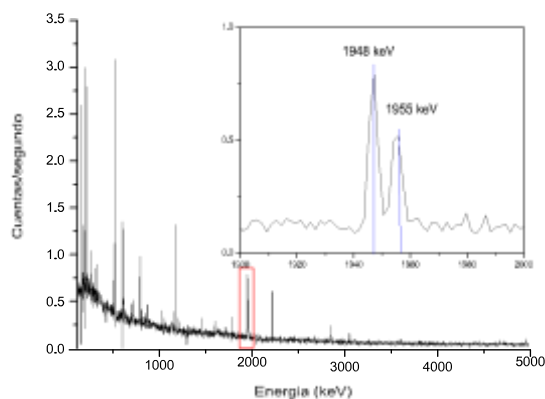


Figura 7: Espectro PGNAA del NaCl obtenido en 1 h. Se resaltan los picos de cloro en 1951 keV y 1599 keV.

5. Comentarios y conclusiones

- Se ha logrado obtener un flujo de neutrones térmicos apropiado para la técnica PGNAA y se ha logrado disminuir la tasa de neutrones rápidos y fotones gamma provenientes del conducto.
- Se han logrado obtener espectros con buena resolución, lográndose distinguir picos que tienen una diferencia de 8 keV.
- Con algunas mejoras en la colimación de ambos sistemas de detección se podría pasar al estado de calibración final del sistema usando muestras patrones y determinar la concentración de los elementos en las muestras.

6. Agradecimientos

Al Sr. Rolando Arrieta y al Staff de operadores del reactor nuclear RP-10. Al Sr. Yuri Hernández por el apoyo en la implementación del sistema.

7. Referencias

- [1] http://web.missouri.edu/~umcreactorweb/pages/ac_naa2.shtml
- [2] Rinard P. Neutron interactions with matter in passive nondestructive assay of nuclear materials. Reilly D, Ensslin N, Smith Jr. H. Eds. Office of Nuclear Regulatory Research, Washington, (1991).
- [3] International Atomic Energy. Database of prompt gamma rays from slow neutron capture for elemental analysis. Vienna: Austria, 2007.
- [4] Alfassi Z, Chung, C. Prompt gamma neutron activation analysis. CRC Press, 1995.
- [5] Ordenes D, Silva A, Henriquez C, Pereda C. Optimización de la facilidad experimental PGNAA de reactor RECH-1. Nucleotecnica. 2005; 24(38): 51-64.
- [6] Munive M, Baltuano O. Análisis de transmisión de neutrones en zafiro como parte del colimador del difractor Amauta. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico y Tecnológico 2004. Lima: Perú, 2005. p.71-73.

IV. Aplicaciones en Minería, Industria y Medio Ambiente

Aplicación del análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (PGNAA) para el perfilaje de perforaciones de voladura en una cantera de Cementos Lima. Reporte Preliminar

César Zanabria¹, Rafael Medina¹, Leoncio Gilvonio¹, Marco Munive², Oscar Baltuano², José Solís²

¹ Cementos Lima S.A., Av. Atocongo 1440, Lima 35, Perú

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

Resumen

El análisis por activación neutrónica de gammas inmediatos (PGNAA) es una técnica de análisis elemental que se usa en la industria. Estamos investigando la factibilidad de la aplicación de la técnica PGNAA en la caracterización elemental de las perforaciones de voladura de la cantera de Atocongo de Cementos Lima.

Abstract

The prompt gamma neutron activation (PGNAA) is a technique that has been used in the industry. We are investigating the feasibility of the PGNAA technique for elemental characterization of the blast holes in the open cut Atocongo mine from Cementos Lima.

1. Introducción

Los sondeos mecánicos son una herramienta muy importante en la exploración minera, esta técnica permite obtener muestras del subsuelo a diferentes profundidades. El principal problema es su representatividad y en el mejor de los casos, sondeos con recuperación de testigo continuo al manipularla puede no haberse recuperado completamente. Posteriormente, estas muestras son enviadas al laboratorio para realizar los análisis respectivos, usando técnicas como Fluorescencia de Rayos X (FRX), Absorción atómica, etc. Este proceso toma tiempo y puede producirse errores en los resultados como consecuencia de la manipulación de las muestras, debido a que la masa de la muestra analizada es de algunos gramos. No obstante, representa la información más valiosa que se dispone sobre la mineralización, mientras no se llegue hasta ella mediante labores mineras. Entre las diferentes técnicas para analizar las perforaciones se tiene al Análisis por Activación Neutrónica de Gammas Inmediatos (Prompt Gamma Neutron Analysis Activation) (PGNAA) que tiene la capacidad de proporcionar una información cuantitativa "in-situ" de la ley de cobre/hierro/carbón en tiempo real [1-3]. Esta técnica aparte de su capacidad para entregar datos instantáneos, tiene la ventaja que la radiación usada es altamente penetrante y puede analizar volúmenes mayores que la muestra extraída en la perforación.

Comercialmente, están disponibles analizadores elementales en línea basados en la técnica PGNAA para el análisis de la materia prima que se usan en diferentes partes del proceso en la industria cementera[4]. Sin embargo, no hay trabajos sobre el uso de la técnica PGNAA para la caracterización de la caliza en cantera. En el presente trabajo se ha explorado la aplicación de la técnica PGNAA en la cantera de Atocongo de Cementos Lima.

2. Fundamento

La técnica PGNAA es un método nuclear no destructivo de análisis elemental, que se realiza al exponer el material a un flujo de neutrones. Como los neutrones carecen de carga eléctrica, no sufren la acción de campos eléctricos ni magnéticos; por lo tanto, son capaces de atravesar grandes espesores del material. Cuando un neutrón choca con un átomo, le cede parte de su energía mediante la acción de choques elásticos (se conserva la energía del sistema) e inelásticos (la energía del sistema se convierte en excitación interna del núcleo). Una interacción inelástica de los neutrones térmicos con los núcleos se produce cuando el neutrón es absorbido produciendo un isótopo diferente. El núcleo excitado normalmente emite radiación gamma de alta energía.

* Correspondencia autor: mmunive@ipen.gob.pe

La energía de la radiación gamma es específica al núcleo y tipo de reacción nuclear. Si la intensidad y energía se mide con un detector espectrométrico, se puede determinar el elemento y la cantidad de la misma, presente en una muestra. Los rayos gamma emitidos pueden ser clasificados como inmediatos o retardados provenientes del decaimiento de la radioactividad inducida según el tiempo de vida media de la desintegración. La radiación gamma inmediata tiene vida media muy corta, aproximadamente 10^{-13} s mientras que la radiación gamma retardada tiene vida media del orden de segundos u horas, dependiendo del elemento. En la técnica PGNAA se detecta los fotones gamma inmediatos producidos por la reacción nuclear de captura neutrónica, que son característicos de cada elemento. En la Tabla 1 se tiene las secciones eficaces y la energía de los fotones gamma para algunos elementos. Los elementos Ca, Si, Fe y Al, son los que se pueden determinar fácilmente con la técnica de PGNAA y justamente estos son los elementos mayoritarios en las canteras de caliza.

Tabla 1: Secciones eficaces y energía de fotones gamma inmediatos para algunos elementos.

| | E_γ (keV) | σ_γ (E_γ) (b) | | E_γ (keV) | σ_γ (E_γ) (b) |
|----|---------------------|---------------------------------------|----|---------------------|---------------------------------------|
| H | 2223 | 0.3326 | Si | 3538 | 0.1190 |
| C | 4945 | 0.0026 | Cl | 1164 | 8.91 |
| N | 5269 | 0.0236 | Mg | 3916 | 0.0320 |
| Na | 90.99 | 0.235 | Fe | 7631 | 2.55 |
| Ca | 1942 | 0.352 | Al | 4259 | 0.0153 |

3. Proceso Experimental

La instrumentación utilizada para el perfilaje de las perforaciones de voladura está compuesto de una fuente de neutrones (Cf^{252}) con una actividad actual de 1.68 mCi, un detector de radiación gamma de tipo centelleo BGO, y su electrónica asociada (fotomultiplicador, amplificadores multicanal y fuente de alto voltaje), estos componentes se encuentra dentro de un tubo de plástico de 1.65 cm de longitud y 7 cm de diámetro, al que se denomina sonda. La sonda se introduce a la perforación de voladura mediante un sistema mecánico y consta de una polea y un motor para hacerlo a una velocidad constante, el cable es de acero

y no sólo sirve para sostener la sonda sino también por el mismo se transmite la señal obtenida por la sonda a una interfase, que es colectada a una computadora portátil. Este sistema se denomina SIROLOG y es de fabricación australiana (Figura 1).

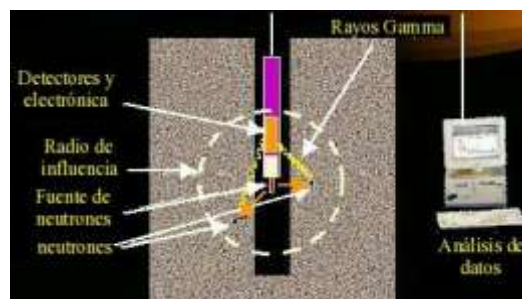


Figura 1: Diagrama de la sonda SIROLOG.

Los neutrones interaccionan con los materiales de la paredes de la perforación de voladura y penetran unos 40 cm y los núcleos excitados emiten fotones gamma característicos de los elementos mayoritarios (Ca, Al, Fe, Si y S) de la cantera.

El presente estudio se inició en el mes de agosto del 2007, conjuntamente con el personal de Control de Calidad de Cementos Lima. Las mediciones mediante PGNAA se hicieron en las perforaciones de voladura de la cantera de Atocongo de Cementos Lima. (Figura 2).



Figura 2: Instalación de sistema SIROLOG en una perforación de voladura en la cantera de Atocongo.

El objetivo del trabajo es lograr las curvas de calibración que nos permita determinar los niveles de concentración de los compuestos de interés (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , SO_3) en las perforaciones de voladura. La sonda se introduce en las perforaciones y al extraerla, a una velocidad de 2 m/minuto, se obtiene el espectro de gamma inmediatos cada 20 cm. Los resultados se analizan teniendo en cuenta las regiones del espectro donde se encuentran

los fotones característicos de los elementos de interés.

Se hicieron medidas en 19 perforaciones de voladura de los proyectos 2602 y 2600, estas perforaciones fueron caracterizadas por Fluorescencia de Rayos X (FRX) en el Departamento de Control de Calidad de Cementos Lima (Tabla 2).

A partir de las regiones de interés del espectro para el SiO_2 , CaO , Fe_2O_3 , Al_2O_3 y SO_3 se ha logrado en una primera aproximación, la concentración de cada uno de esos compuestos. En las Figuras 3 y 4 se comparan los resultados obtenidos por FRX y PGNAA para los elementos.

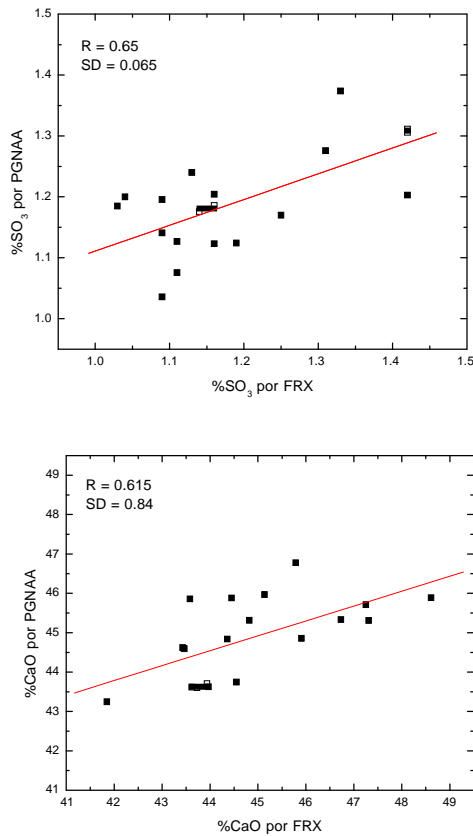


Figura 3: Correlación de los resultados obtenidos por PGNAA y FRX para el SO_3 y CaO .

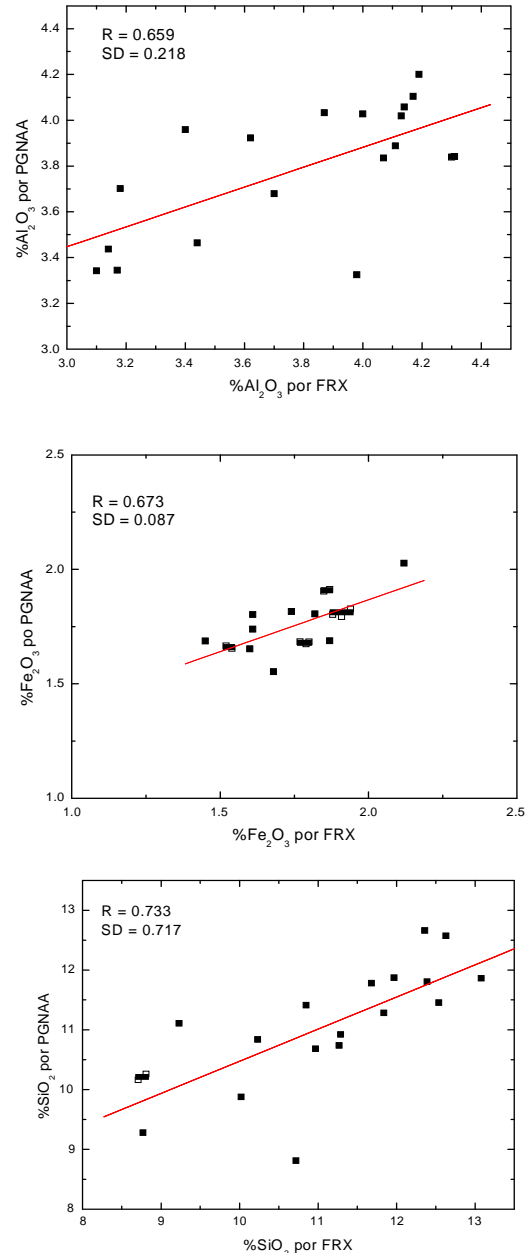


Figura 4: Correlación de los resultados obtenidos por PGNAA y FRX para el Al_2O_3 , Fe_2O_3 y SO_3 .

También se puede obtener el perfil de las concentraciones de cada elemento, durante las perforaciones de voladura debido a que se obtiene un espectro cada 20 cm. En la Figura 5 se muestra el perfil de CaO de una perforación de voladura, esto nos brinda información de la formación geológica de la zona estudiada.

Tabla 2: Composición química de las algunas perforaciones de voladura realizadas por FRX, laboratorio de control de calidad Cementos Lima.

| | SiO ₂ | Al ₂ O ₃ | Fe ₂ O ₃ | CaO | MgO | SO ₃ | K ₂ O | Na ₂ O |
|--------------|------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------|------|-----------------|------------------|-------------------|
| Py2602 T 485 | 11.29 | 4.13 | 2.12 | 44.55 | 2.19 | 1.42 | 0.8 | 0.16 |
| Py2602 T 486 | 11.27 | 4.07 | 1.91 | 44.82 | 2.54 | 1.25 | 0.83 | 0.16 |
| Py2602 T 487 | 9.23 | 3.18 | 1.6 | 48.61 | 2.24 | 1.16 | 0.62 | 0.15 |
| Py2602 T 488 | 8.71 | 3.1 | 1.45 | 47.25 | 2.19 | 1.09 | 0.59 | 0.15 |
| Py2602 T 489 | 8.81 | 3.14 | 1.52 | 47.31 | 2.25 | 1.04 | 0.63 | 0.13 |
| Py2600 T 449 | 11.84 | 4 | 1.79 | 44.45 | 2.54 | 1.11 | 0.72 | 0.24 |
| Py2600 T 467 | 10.97 | 3.7 | 1.68 | 45.14 | 2.32 | 1.09 | 0.68 | 0.24 |
| Py2600 T 468 | 10.85 | 3.62 | 1.61 | 44.36 | 2.26 | 1.09 | 0.66 | 0.23 |
| Py2600 T 471 | 12.36 | 4.19 | 1.85 | 41.85 | 2.51 | 1.33 | 0.77 | 0.29 |
| Py2600 T 424 | 12.54 | 4.14 | 1.82 | 43.46 | 2.6 | 1.19 | 0.74 | 0.21 |

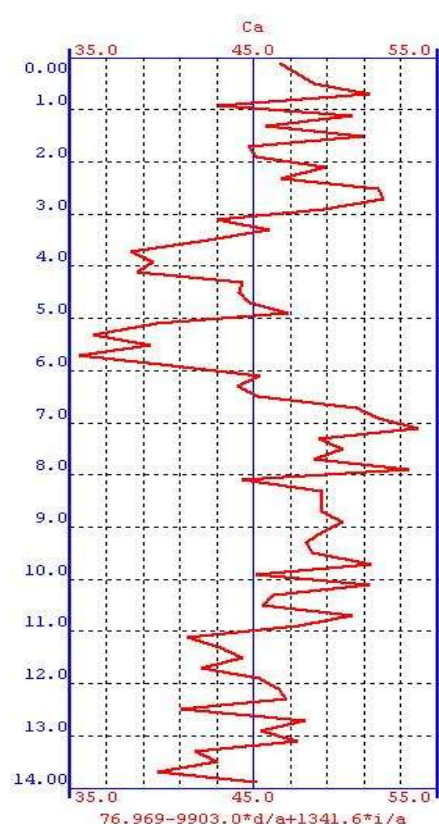


Figura 5: Perfil del % CaO de la perforación de voladura 487 del proyecto 2602.

4. Comentarios y conclusiones

- Las pruebas preliminares obtenidas, sugieren la necesidad de hacer un mejor proceso de calibración de la sonda usando muestras uniformes en una geometría similar a una perforación de voladura y un mayor número de perforaciones de voladura.

- Los resultados obtenidos nos indican que se puede obtener el perfil de las perforaciones de voladura.

5. Agradecimientos

A los Srs. Javier Gago y Yuri Hernández por su apoyo en el mantenimiento y reparación del sistema mecánico de perfilado y trabajo de campo.

6. Referencias

- [1]. Borsaru M, Ceravolo C. A low activity spectrometric gamma-gamma borehole logging tool for the coal industry. Nuclear Geophysics. 1994 Aug; 8(4): 343-350.
- [2]. Charbucinski J, Malos J, Rojc A, Smith C. Prompt gamma neutron activation analysis method and instrumentation for copper grade estimation in large diameter blast holes. Applied Radiation and Isotopes. 2003 Aug-Sep; 59(2-3):197-203.
- [3]. Charbucinski J, Nichols W. Application of spectrometric nuclear borehole logging for reserves estimation and mine planning at Callide coalfields open-cut mine. Applied Energy. 2003; 74: 313-322.
- [4]. D. Leethan, Online Stockpile Analysis, World Cement, January 2008..
- [5]. Paul RL, Lindstrom RM. Prompt gamma-ray activation analysis. Fundamentals and applications. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 2000 Jan; 243(1):181-189.

Estudio de la hidrodinámica de aguas subterráneas en una mina de cobre y oro

Jacinto Valencia*, Enoc Mamani, Jorge Condori

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

Resumen

El presente estudio tiene por objetivo determinar la hidrodinámica de las aguas subterráneas de una mina de oro y cobre ubicada en Cajamarca (Perú), mediante la aplicación de técnicas isotópicas. Se ha efectuado toma de muestras de agua tanto de manantiales de la vertiente izquierda del río aledaño a la mina, así como de piezómetros y de agua superficial del río aguas abajo. Las muestras se analizaron por isótopos ambientales en un espectrómetro de masas, incluidos análisis de tritio; de aniones, cationes y metales pesados por técnicas convencionales. La influencia del área de estudio está comprendida en una distancia de 3 km, comprende el área de recarga y descarga a la cuenca del río a través de diversos manantiales.

Abstract

This study aims to determine the hydrodynamics of groundwater from a gold and copper mine located in Cajamarca (Perú), through the application of isotopic techniques. There has been sampling water from springs from the left side of the river adjacent to the mine, as well as piezometers and surface water of the river downstream. The samples were analyzed by environmental isotopes in a mass spectrometer, including analysis of tritium; anions, cations and heavy metals by conventional techniques. The influence of the study area falls within a distance of 3 km. regarding the recharge area and discharge to the river basin through various ground water sources.

1. Introducción

El estudio de aguas subterráneas se está incrementando cada vez más por la necesidad, tanto como fuente de suministro para consumo, así como para el abastecimiento para distintos procesos, siendo necesario su gestión adecuada sobre todo cuando sirve de abastecimiento para uso poblacional, donde se ve afectada sobre todo su calidad.

El estudio se ha efectuado en una mina polimetálica, tipo pórfido que está en construcción y va a beneficiar minerales de Cu y Au, en el Departamento de Cajamarca, a una altitud aprox. de 3800 m.s.n.m., en la que se ha encomendado al IPEN efectuar un estudio con aplicación de las técnicas isotópicas para conocer la hidrodinámica de las aguas subterráneas en la mina y su área de influencia, en relación con afloramientos de éstas en la vertiente izquierda del río aledaño a la mina.

Para abordar el estudio en referencia se ha efectuado un inventario y luego un muestreo de agua de manantiales, piezómetros ubicados en la mina y muestras de aguas del río colindante. El indicado estudio ha

permitido establecer la influencia relación entre aguas de lluvia y aguas subterráneas, tanto en las inmediaciones de la mina como con las aguas de manantiales que afloran en la vertiente izquierda del río principal de la cuenca, existiendo una distancia de 1500 m de la mina al punto de afloramiento. El estudio incluye igualmente, la hidroquímica, a fin de caracterizar el tipo y composición del agua subterránea.

Previo al estudio se efectuó un reconocimiento de la zona, en la que se determinaron el número de puntos de muestreo tanto de los pozos de observación (piezómetros) construidos en la mina, como de los diferentes afloramientos de agua en manantiales. Esto permitió elaborar el modelo conceptual del posible sistema de agua subterránea en la zona bajo estudio.

Objetivo

Estudio de las aguas subterráneas de la zona de la mina, con aplicación de técnicas isotópicas, Oxígeno-18, Deuterio y Tritio, orientado a determinar su hidrodinámica.

* Correspondencia autor: jvalencia@ipen.gob.pe

2. Principios teóricos

Trazadores Ambientales

Los átomos de Oxígeno e Hidrógeno que conforman la molécula de agua, contienen isótopos de estos elementos, los que están presentes en forma natural en la molécula

de agua, siendo los más abundantes los isótopos no radioactivos o también denominados isótopos estables: Oxígeno-18 y el Hidrógeno-2 (denominado también Deuterio), y el isótopo radioactivo Hidrógeno-3 (denominado también Tritio).

El isótopo Tritio, se forma en la alta atmósfera como producto de las reacciones nucleares entre los rayos cósmicos y los átomos de Nitrógeno contenidos en el aire, las mismas que en contacto con las nubes generan un intercambio isotópico con las moléculas del agua y llegan a la superficie de la tierra formando parte del agua de lluvia. Teniendo en cuenta que el Tritio, es un isótopo radioactivo (vida media de 12.3 años), las concentraciones de este isótopo decaen con el tiempo, característica que permite estimar la edad o el tiempo de residencia de las aguas subterráneas en el subsuelo. El tiempo de residencia, es el tiempo que las aguas subterráneas permanecen aisladas de la atmósfera desde el momento que se infiltran a subsuelo, hasta que salen a superficie. Los valores de concentraciones de Tritio en lluvias recientes en el Perú, se pueden estimar basándose en los últimos valores disponibles que corresponden a los años 1996-1998, indicándose valores del orden de 2-3 UT.

En el diagrama de la Figura 1, se muestra la representación gráfica de un modelo matemático exponencial de mezcla total que relaciona el decaimiento de las concentraciones de Tritio con los tiempos de residencia o renovación de aguas subte-

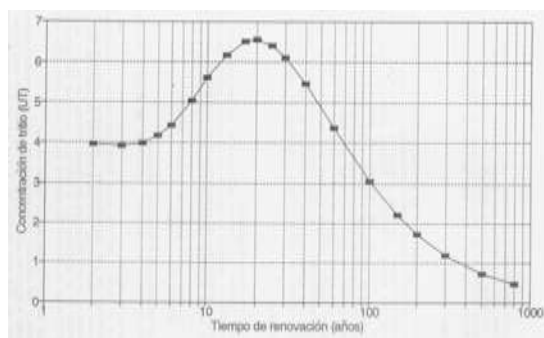


Figura 1: Concentraciones de Tritio y tiempo de renovación de aguas subterráneas.

rráneas, sobre la base de concentraciones de Tritio de aguas de lluvia de la estación del OIEA de Riobamba (Ecuador), la más cercana referencia que tenemos para el Perú, complementado con análisis puntuales efectuados en el Perú durante los últimos ocho años.

3. Marco hidrogeológico de la zona de estudio

La mina está emplazada tanto en roca intrusiva como en rocas sedimentarias de edad cretácica. La mina se ubica entre dos cuencas; una al sureste y la otra al noroeste, siendo este último el de mayor relación con la zona de operación de la mina, por corresponder al área de recarga de la cuenca, y la presencia de manantiales de descarga, los que han sido objeto de muestreo para su estudio isotópico e hidroquímico; las aguas de estos manantiales drenan al río aledaño, cuenca que pertenece a la vertiente del Atlántico.

Como consecuencia de procesos orogénicos e intrusivos, se han producido fallas y fracturamientos; los más importantes con rumbo N-S y otros subsidiarios que han originado fracturas de tensión y cizalla; habiéndose reconocido por parte de estudios anteriores hechos por la mina, hasta tres períodos de fracturamiento-plegamiento. Si bien las rocas del entorno son pobres en su porosidad y permeabilidad primaria, las estructuras (fracturas y fallas) conforman medios de movimiento de los fluidos, incluidas las estructuras de disolución (karst), las que deben controlar hidráulicamente la hidrodinámica de las aguas subterráneas y los afloramientos de agua en los manantiales.

Basándose en la información hidrogeológica disponible de estudios anteriores de la mina, el modelo conceptual plantea la hipótesis conservadora de que la roca intrusiva de la mina y las rocas de caja como calizas circundantes, tienen relación hidráulica, y está controlada posiblemente por las fallas principales, que afectan tanto a la intrusión como a las rocas de caja.

Se debe indicar que la toma de muestras en el presente estudio corresponde a una condición puntual estacional del año hidrológico con relación a la respuesta de los isótopos ambientales (mediados 2007). Los resultados que se muestran corresponden a esa condición, y muestran un carácter bastante uniforme. Debe igualmente señalarse que los

estudios anteriores indican que estos flujos de manantiales muestran una alta variación, directamente relacionada con los cambios estacionales de la precipitación, pudiéndose interpretar la existencia de manantiales con una menor variación estacional del caudal al estar siendo alimentados por la contribución de aguas subterráneas de circulación más profunda, como del basamento rocoso.

En este contexto hidrogeológico, el movimiento de las aguas subterráneas en cuanto a su origen puede ser determinado por su contenido isotópico, mientras que por los elementos químicos contenidos en ella, determinar el tipo de agua, en este último caso, proporcionan información con respecto al tiempo de residencia, interacción con el medio y mezcla entre masas de agua en el subsuelo.

4. Metodología

La metodología empleada ha consistido en la aplicación de la técnica de los isótopos ambientales y dentro de ellos los isótopos estables O-18, Deuterio y el isótopo radiactivo Tritio, como técnica de trazadores naturales, integrantes de la molécula de agua, complementada con la técnica de la hidrogeoquímica para la caracterización del tipo de agua y su relación de las filtraciones con las rocas en el interior de la mina.

La metodología del estudio ha consistido en:

- Recopilación de información geológica e hidrogeológica de la zona del estudio.
- Reconocimiento de la zona de estudio y definición del número de muestras de los puntos de afloramiento de agua superficiales (ríos, manantiales) y subterráneas, a partir de pozos de observación y agua emplazados en las inmediaciones de la futura zona de explotación de mina.
- Toma de muestras de aguas superficiales (incluidos manantiales) y subterráneas (piezómetros) y el registro de parámetros físico-químicos: 50 ml. para análisis isotópicos, 01 litro para aniones, 0.5 litro para cationes y metales pesados, 0.5 litro para tritio.

Análisis químicos e isotópicos

Los resultados de los análisis de las muestras de aguas subterráneas de mina, han servido para efectuar el estudio de las aguas de los manantiales. Utilizando los resultados de los isótopos estables, tritio y la hidrogeoquímica, se ha efectuado la interpretación de los

isótopos estables, con referencia a la Línea Meteorica Mundial (LMM) y Línea Meteorica Local.

Trabajo de campo

A mediados del 2007, se llevaron a cabo los trabajos de campo efectuados por personal de IPEN y apoyo de personal técnico de la mina; previamente se efectuó la revisión de la información planimétrica y geológica de la misma. El trabajo de campo ha consistido en la toma de muestras y mediciones de los parámetros físico-químicos, de acuerdo con el protocolo establecido tanto en las muestras de agua para el análisis isotópico como para los análisis químicos, apoyados por la carta nacional y planos suministrados por la empresa minera; se ha utilizado GPS para georeferenciar la ubicación de muestras de superficie; finalmente, el etiquetado y su acondicionamiento para ser trasladadas a los laboratorios del IPEN en Lima para su análisis correspondiente.

5. Análisis y discusión de resultados

Hidrogeoquímica

La hidrogeología en medios fracturados como es el caso del presente estudio, indica un movimiento de aguas subterráneas en un medio de rocas intrusivas y sedimentarias, cuya porosidad efectiva esta dada por fallas, fracturas, fisuras y planos de estratificación. La presencia de rocas calizas presentan estructuras tipo karst que en profundidad pueden estar controlando el movimiento de las aguas subterráneas, comportándose como zonas de circulación preferencial o formando cuerpos de agua (seudos acuíferos). Las estructuras en estos casos, pueden hacer más rápido el movimiento de las aguas en profundidad y en consecuencia determinar un tiempo de tránsito corto.

En la vertiente izquierda de la cuenca del río aledaño, antes de un poblado, afloran en media ladera una serie de manantiales casi alineados a altitud promedio de 3600 m.s.n.m, y presentan un alineamiento propio de acuíferos libres cuando éstos quedan expuestos en superficie. Se ha observado, sin embargo, que los caudales de los manantiales son variables en función de la estación del año; así como también la variación de estos por las precipitaciones de la zona; de esta manera podemos hacer referencia al ejemplo del manantial Iaguas abajo, que en la fecha del reconocimiento tenía un caudal de más de 3 l/s y cuando se efectuó la toma de muestras

ya no afloraba agua, cambiándose el punto, de muestreo a otro con agua, pero con menor caudal. En el área de la mina existen afloramientos de agua, habiéndose muestreado un manantial de fisura.

Los parámetros fisicoquímicos registrados en campo, conjuntamente con los resultados analíticos de laboratorio obtenidos del muestreo, han servido para efectuar los diagramas que ilustran las características hidrogeoquímicas de las aguas subterráneas, las que se presentan a continuación.

Diagrama de Piper

El diagrama de Piper, clasifica los tipos de aguas por su composición química considerando aniones y cationes; permite mostrar en términos generales la composición química de las aguas bajo estudio, que en este caso corresponden al tipo sulfatado-bicarbonatado - cálcicas (Figura 2); los extremos sulfato y bicarbonato en el campo del triángulo de aniones, indican en general aguas de lluvia afectadas por disolución y pobre mezcla; las primeras, efecto de infiltración por zonas mineralizadas (con presencia de sulfatos) o con aportes de aguas ácidas y las segundas, aguas de infiltración de lluvias que son predominantemente del tipo bicarbonatadas cálcicas y con pH ligeramente neutro, debido a que circulan principalmente por terrenos de rocas de composición calcárea.

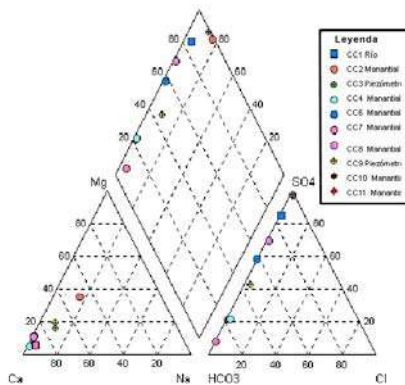


Figura 2: Diagrama de Piper.

Diagrama de Schoeller

El diagrama de Schoeller (Figura 3) muestra con mayor detalle la clasificación de los distintos tipos de agua de filtraciones bajo estudio; Los análisis de aniones y cationes, indican que en las aguas de manantiales, predomina la composición del tipo sulfatado-bicarbonatado-cálcicas, aunque con muy

bajos valores de Na, debido a que la principal característica que domina la química del agua en los manantiales en la vertiente del río es la presencia de calcio por efecto de la infiltración del agua de lluvia, ayudado por el tiempo de residencia en el subsuelo y la interacción agua-roca.

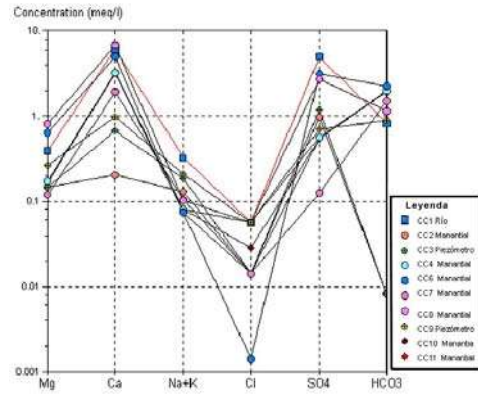


Figura 3: Diagrama de Schoeller.

Diagrama Ternario Cu-Mn-Zn

En este diagrama se representan tres elementos Cu-Mn-Zn (Figura 4) presentes en solución en el agua de manantiales, orienta en cuanto a suposible origen y presenta correlación entre Zn-Mn debido a la interacción agua-roca y su labilidad en el proceso geoquímico; en este caso, puede considerarse que la presencia de H₂S como el generador de la disolución, según la intensidad de la alteración hidrotermal y los elementos componentes de la roca huésped. La presencia de bicarbonato-de calcio en el sistema, establece desde el punto de vista de la hidrodinámica, que el o los flujos subterráneos en la mina discurren, a través de rocas carbonatadas con pobre participación de aguas superficiales de (ríos, lagunas, etc.), por los contenidos de sulfatos y bicarbonatos.

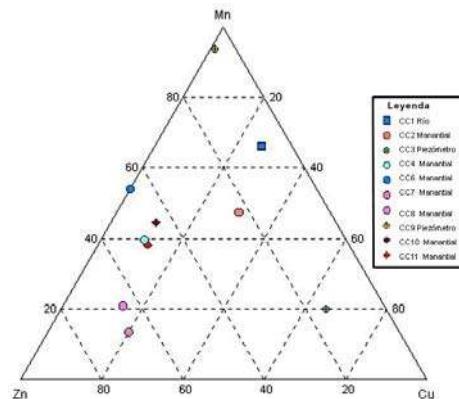


Figura 4: Diagrama ternario Cu-Mn-Zn.

Por los resultados del estudio, se deduce que las aguas subterráneas de la zona, muestras de agua de piezómetros y manantiales de la mina, se ubican todas muy próximas y en mas o menos en una unidad de diferencia entre sus valores isotópicos, y configuran una línea de tendencia, que resulta cercana tanto a la Línea Meteorica Mundial como la Línea Meteorica Local. Mientras que los valores isotópicos de la muestra de agua superficial del río están fuera de esta tendencia, lo cual revela que la contribución de aguas de este río en la recarga de las aguas subterráneas de la mina y los manantiales de la vertiente izquierda del río aledaño es marginal. En consecuencia, las aguas subterráneas bajo estudio tienen su origen principalmente en la precipitación de aguas de lluvia que se infiltran en la parte alta de la cuenca.

Finalmente, la composición isotópica de la descarga de las aguas subterráneas en la mina, representan la composición isotópica media de la precipitación de la zona. La uniformidad en la composición isotópica, es la más notable conclusión en relación con la zona geográfica; el *efecto de altitud*, es el factor de mayor influencia sobre la composición isotópica del agua de precipitación.

Tritio

La concentración de 1.9 U.T. del río aguas abajo, menor que el promedio de aguas subterráneas indica que además de su origen a partir del drenaje superficial de aguas de lluvia, tiene un aporte o componente importante de aguas subterráneas con mayor tiempo de residencia cuyo origen debe estar en las formaciones calcáreas de la cuenca.

6. Resultados

Por las características del contexto hidrogeológico de la mina presenta un nivel de infiltración de aguas de lluvias de modo que su régimen se relaciona estrechamente con los volúmenes pluviométricos anuales de la zona. Desde el punto de vista hidrogeoquímico, las aguas subterráneas en las inmediaciones de la mina, están asociadas a la dinámica del sistema fisurado que atraviesan formaciones rocosas de tipo sedimentario y de composición areno-calcárea. El diagrama de Piper, muestra la clasificación química del tipo de agua

sulfatado-bicarbonatado-cálcicas, con pobre nivel de mezcla y que evolucionan a partir de aguas de lluvias que se infiltran en el subsuelo debajo del nivel no saturado, desplazándose a través de fallas y fracturas con poco tiempo de residencia. En consecuencia, de acuerdo con los valores isotópicos reportados, tanto de piezómetros y manantiales de la mina; así como de los manantiales de la vertiente, el agua subterránea de la zona de estudio, tiene un origen a partir de recarga local de precipitaciones de aguas de lluvias y que están normalmente empobrecidas en isótopos estables (O-18 y H-2).

En relación con los valores de Tritio de las aguas subterráneas, varían entre 1.8 a 3.3 U.T, contenido que se estima está dentro del actual rango de valores de aguas de lluvias para el Perú; revelan que su tiempo de residencia en la zona es corto tal como ocurre en terrenos fisurados, pero con una trayectoria de flujo difusa, reflejada en la variación del contenido de Tritio.

7. Conclusiones

Los resultados isotópicos y de la química del agua de la zona de estudio, indican que las aguas subterráneas en la mina y la vertiente izquierda del río aledaño, se originan a partir de precipitaciones de aguas de lluvias de recarga local y se infiltran por el sistema de fracturas y fisuras del contexto estructural de la mina, la infiltración por lo general tiene un tiempo de tránsito rápido en el subsuelo.

La estrecha diferencia de los valores isotópicos de agua de manantiales y piezómetros, de la zona de estudio indican igualmente, aguas de lluvia de rápida infiltración y un pobre grado de mezcla con otras masas de agua más profundas en su movimiento en el subsuelo, características propias de condiciones climatológicas estables.

8. Bibliografía

- [1]. International Atomic Energy Agency. Guidebook on Nuclear Technologies in Hydrology. Technical Reports N° 91. Vienna; Austria, 1968.
- [2]. Handbook of Environmental Isotope Geochemistry. Edited Scientific Publishing Company, Amsterdam, 1980.

Estudio de filtraciones utilizando tritio como radiotrazador en mina polimetálica del norte de Perú

Jacinto Valencia*, Enoc Mamani, José Maguiña

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

Resumen

El presente estudio es la continuación de uno previo realizado por el IPEN en el año 2006, el propósito es establecer la probable conexión entre el drenaje de agua ácida de mina, ubicado en un nivel de galería de mina y los diversos afloramientos de agua de manantiales de la vertiente derecha de la cuenca del río Bamabamarca y su confluencia con otra al noreste, aguas abajo, mediante la aplicación de técnicas isotópicas de radiotrazadores, concluyéndose que, debido a la no presencia de radiotrazador hasta la fecha del presente muestreo, no se ha evidenciado la conexión con aguas de estas vertientes.

Abstract

This study is a continuation of one conducted by prior IPEN in 2006, with the aim of establishing the probable connection between the drainage water acidic mine, located in a level of mine gallery and the various outcrops water springs from the right side of the river basin Bamabamarca and its confluence with another in the northeast, downstream, through the application of isotope techniques radiotracers, conclusion was that, due to the presence of non radiotracer so far this sampling, not has shown the connection with the waters of these areas.

1. Introducción

La mina está paralizada y esta en plan de cierre, y se tiene el interés en conocer la relación entre las aguas ácidas de mina pH-2 que se infiltran en interior de mina y la relación con afloramiento de manantiales que se ubican en la vertiente derecha de la cuenca con un pH entre 4.5 y 6.5, existiendo una distancia de 3 km desde la infiltración hasta el punto más alejado, antes de con la otra cuenca. Con la finalidad de tener evidencias de la existencia de una relación directa entre las aguas de filtración de la mina y las surgencias y manantiales aledaños, se solicitó al Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) para efectuar un estudio con radiotrazadores a fin de establecer su relación con afloramientos de agua de manantiales y la propia vertiente derecha del río aledaño a la mina. En un primer informe se indicó la evolución hidrogeoquímica de estas filtraciones que a través de su recorrido por formaciones geológicas, pueden estar siendo neutralizadas en su acidez, originando cambios en su composición, fenómeno que es ilustrado a través de la química del agua.

El presente trabajo es la continuación del estudio integral realizado por el IPEN en el año 2006; donde se inyectaron 10 Ci de Tritio y se realizaron muestreos en 5 puntos de la

cuenca en la zona de estudio. La toma de muestras procedentes del monitoreo, para la detección del trazador y análisis de tritio se realizó en los laboratorios de centelleo líquido del IPEN enviadas por la Cía. minera. Se estableció para el presente estudio ampliar el muestreo hasta la cuenca del río Llaucan, que está al noreste de la zona de estudio, a fin de ampliar un mayor radio de monitoreo.

Objetivo

Determinar mediante inyección y monitoreo del trazador tritio, la relación de las filtraciones de aguas ácidas de mina con aguas superficiales de las cuencas de diversos ríos contiguos en Bambamarca, mediante 5 puntos establecidos como área de control del trazador.

Ubicación del área de estudio

El estudio con trazadores radiactivos comprende la Mina en el Nivel 09 sobre galería, donde se realizan las labores de explotación y hay presencia de filtraciones de agua ácida con pH-2 que drenan a través de dos chimeneas que se ubican espacialmente en los niveles superiores de la mina (parte alta); mientras que en la parte inferior en

* Correspondencia autor: jvalencia@ipen.gob.pe

superficie se tienen manantiales junto al curso del río el que lleva aguas ácidas de otras minas, recibiendo aguas superficiales contaminadas en diversos puntos de drenaje superficiales de este estudio.

Principios teóricos

Técnica de Trazadores

Los trazadores son sustancias que se introducen en un sistema con el fin de estudiar el comportamiento temporal y/o espacial de determinado proceso químico, físico, biológico o industrial, a través de su detección o medición. Estas sustancias se comportan como verdaderos “espías”, introduciéndose en un sistema en forma prácticamente desapercibida, brindando luego información acerca del mismo movimiento a un observador externo.

El estudio con la técnica de trazadores consiste en inyectar en este caso, una cantidad conocida de un radioisótopo a la masa de agua que se desea estudiar y, posteriormente, seguir rastreo del elemento radiactivo determinando, a partir de la concentración del radioisótopo, permitiendo conocer las características del sistema acuífero. En el caso de fuentes de aguas subterráneas, el empleo de trazadores radiactivos permite conocer su dinámica, velocidad y dirección del flujo, y con ello la relación entre el depósito mineral y las aguas superficiales, las posibles conexiones entre acuíferos, cuencas, etc. Uno de los radioisótopos más utilizados en estos estudios es el Tritio (Hidrógeno-3). Las técnicas actuales permiten reconocer un átomo de tritio en 10^{18} átomos de hidrógeno, por lo que la cantidad requerida de tritio inyectada al medio acuático durante el estudio es sumamente pequeña.

La facilidad de monitoreo y detección mediante las radiaciones de los trazadores radiactivos, hacen de esta técnica una herramienta muy útil y que sea utilizada con mas frecuencia en estudios hidrogeológicos.

2. Metodología

La inyección de 10 Ci de Tritio como radiotrazador en las zonas de drenaje ácido (chimeneas), fue efectuada por personal del IPEN[1].

Para la etapa de monitoreo se establecieron 5 puntos de muestreo del radiotrazador. El cronograma de muestreo se ilustra las

muestras obtenidas por mes y por punto de monitoreo, habiéndose obtenido un total de 60 muestras analizadas. El muestreo a intervalos de tiempo de un mes, estuvo a cargo de personal de la empresa minera cuyas muestras eran remitidas periódicamente a los laboratorios de IPEN en el Centro Nuclear.

3. Resultados

El cronograma de muestreo ejecutado se presenta en la Tabla 1 y los resultados se muestra en la Tabla 2, donde se indican los valores restados la cuenta de fondo.

Tabla 1: Cronograma de muestreo.

| <i>Mes</i> | <i>Día</i> | <i>Total de muestras</i> |
|-----------------------|------------|--------------------------|
| Enero | 5 | 5 |
| Febrero | 5 | 5 |
| Marzo | 5 | 5 |
| Abril | 5 | 5 |
| Mayo | 5 | 5 |
| Junio | 5 | 5 |
| Julio | 5 | 5 |
| Agosto | 5 | 5 |
| Septiembre | 5 | 5 |
| Octubre | 5 | 5 |
| Noviembre | 5 | 5 |
| Diciembre | 5 | 5 |
| Total muestras | | 60 |

Tabla 2: Resultados de análisis en c/min.

| <i>No.</i> | <i>Mes</i> | <i>M 1</i> | <i>M 2</i> | <i>M 3</i> | <i>M 4</i> | <i>M 5</i> |
|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| 0 | 0 | 8.80 | 8.30 | 8.13 | 8.71 | 8.0 |
| 1 | 1 | -0.8 | -0.5 | -0.8 | -0.1 | -- |
| 2 | 2 | 0.1 | 0.5 | 0.4 | -0.7 | -- |
| 3 | 3 | 0.2 | 0.5 | 0.4 | -0.4 | -- |
| 4 | 4 | -0.4 | 0.4 | 0.1 | 0.4 | -- |
| 5 | 5 | 0.2 | -0.4 | 0.5 | 0.4 | -- |
| 6 | 6 | -- | -- | -- | -- | -- |
| 7 | 7 | -0.6 | -1.4 | -1.5 | -0.9 | -1 |
| 8 | 8 | 0.0 | 0.2 | 1.4 | 2.3 | 0 |
| 9 | 9 | 1.1 | -1.1 | -1.1 | -1.6 | 0 |
| 10 | 10 | -0.4 | 2.3 | 1.2 | 0.3 | 1 |
| 11 | 11 | -- | -- | -- | -- | -- |
| 12 | 12 | -- | - | -- | -- | -- |

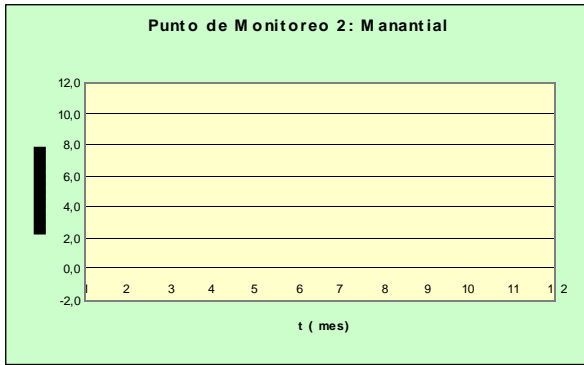


Figura 1: Registro de fondo ambiental de Tritio de aguas de manantial.

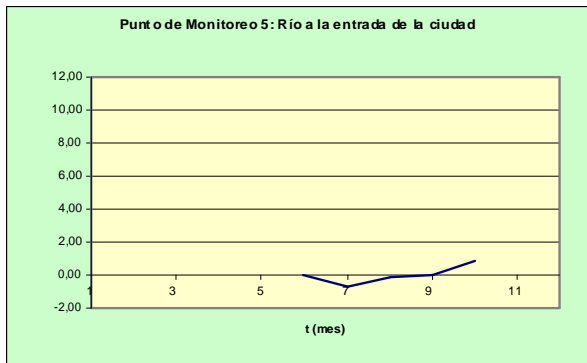


Figura 2: Registro de fondo ambiental Tritio medido de agua en el punto de monitoreo del río.

4. Conclusiones

Como resultado de los análisis del radiotrazador utilizado y de las muestras de monitoreo de agua en las cuencas de los ríos durante el año 2007 (cuenca del río Bambamarca, Cajamarca), no se ha registrado en aguas superficiales la presencia del radiotrazador inyectado en las aguas de drenaje ácido en el interior de la mina, por lo que se concluye que el movimiento de estas aguas es muy lento, y en cuyo trayecto pueden estar siendo amortiguadas por el tipo de formaciones geológicas (sobre todo las de naturaleza calcárea), presentes en las inmediaciones de la mina y los ríos, en sus puntos de monitoreo.

5. Bibliografía

[1] Valencia J, Mamani E, Maguiña J. Informe de Servicio Tecnológico N° 001-06-APLI/HIIS, IPEN.

[2] Mazor Emanuel. Chemical and isotopic groundwater hydrology. 2nd Edition, Institute of Science, Israel, 1997.

[3] International Atomic Energy Agency. Isotope techniques in the study of the hydrology of fractured and fissured rocks. Vienna: Austria, 1989.

[4] Clark ID, Fritz P. Environmental Isotopes in Hydrogeology. New York: Lewis Publishers, 1997.

Subterránea. Tomo I, 2^{da} Edición, Barcelona: Ed. Omega, 1983.

Evaluation of the quality of water in the ecosystem composed by “El Dollar” mine and “San Francisco” lagoon (Castrovirreyna, Huancavelica, Perú)

Marco Espinoza^{1,*}, Milagros Quintana², José Osoreo¹

¹ Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN), Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Universidad Nacional Federico Villarreal, Lima, Perú

Abstract

As an advance towards the design of a strategy for bioremediation of the mine “El Dollar”, the study of the quality of water flushing out of the mine and their impact in the Lagoon San Francisco (Huancavelica, Peru) was carried out. Analytic results obtained from field sampling in 2006 indicated that the water of the lagoon has not undergone significant impact due to heavy metal concentration. The concentration of Mg, Na and Ca in water suffered very little transformation during their journey from the mine entrance to the lagoon. The biggest transformation occurred with Zn, Cu, Fe, and Mn which are retained inside the terrestrial ecosystem. On basis of the observed results, Pb and Mn should be considered as elements of importance inside the plan of bioremediation of this ecosystem.

Resumen

Con el propósito de elaborar la estrategia de bioremediación de la mina “El Dollar”, se desarrolló el estudio de la calidad del agua que sale de la mina y su impacto en la Laguna San Francisco. Los resultados analíticos obtenidos del muestreo de campo en 2006 indicaron que el agua de la laguna no ha sufrido un impacto significativo por la concentración de metales pesados. La concentración de Mg, Na y Ca en agua sufrió una transformación muy pequeña durante su viaje desde la entrada de la mina hasta la laguna. La mayor transformación ocurrió con el Zn, Cu, Fe y Mn, los que son retenidos dentro del ecosistema terrestre. En base a los resultados observados, el plomo y el manganeso deberían ser considerados como elementos de importancia dentro del plan de bioremediación de este ecosistema.

1. Introduction

The Peruvian Law N° 28271 that regulates environmental liabilities of the mining activity, considers as environmental passives, those facilities, emissions, remains or deposits of residuals resulting from mining operations, at the present abandoned or inactive, that constitute permanent risk and potential damage for population's health, the surrounding ecosystem and property.

At present, more than 1800 passive environmental liabilities have been identified in Perú as a consequence of the mining activity (tailing deposits, abandoned constructions, plant facilities and mine entrances) (Mendoza et al, 1998) and represent a potential and permanent risk; they can contaminate the courses of water in the ecosystem, public and private property and the population's health, generating a negative perception of the mining.

The risks for exposure of population and the environment to these mining remains reside in the toxicity of the substances contained in those, the powder haulage, and the potential acid drainage. In a smaller extent, they also represent potential danger due to the holes and tunnels that have been open and unprotected, as well as other abandoned facilities, characteristic of the mining task (Redlies, 2005).

It is well known that bioremediation of mines consists of a series of processes guided to remove the present pollutants in the environment and these processes include the bio-sorption, bio-filtration, bio-precipitation and bio-accumulation using native species at low cost; so, natural vegetation surrounding the place of interest and bacteria species, somehow adapted to metal toxicity and extreme conditions of life, would be very useful to reduce the acid water erosion and may mitigate the widespread of contamination to the nearby areas (Conessa et al., 2007; Pandey et al., 2007).

* Corresponding author: mespinoza@ipen.gob.pe

The Instituto Peruano de Energía Nuclear started in 2005 a technical cooperation project supported by the International Atomic Energy Agency (IAEA) titled "Bioremediation of abandoned mines" (PER/8/014) that has as a main objective to develop a pilot study for bioremediation of abandoned mines taking as a departure point the field studies of an abandoned mine, from physical-chemical characterization to biomass identification (including molecular identification of microbes that had eventually already established some sort of bioremediation process in the selected site (Espinoza, 2003). The area selected for the project's work was the abandoned mine "El Dollar" located in the Andean region of the Province of Castrovirreyna (Huancavelica, Perú) (Figure 1) where the Peruvian government had identified two environmental liabilities of high-priority: the Pacococha Tailing-Factory and its tailings (in front of the Lagoon Pacococha) and the Mine Entrance "El Dollar" (that drains acid water to the San Francisco lagoon) (Bonelli, 2005). Both lagoons are very close and probably they have physical underground connection. From these two lagoons is formed the basin of Pisco river (Ica).

The quality of water of the basin of Pisco River is modified by the quality of the water of the main lagoons of the region, among them the lagoon San Francisco, in a similar way that happens with the neighboring rivers to the lake Tapeng in Taiwan (Liao et al., 2006). On the other hand, the mine "El Dollar", a polymetallic mining unit located at 4950 meters over the sea level, liberates acid water coming from the interior of it to the environment; this water is transported by a channel of natural slope to the San Francisco lagoon, located at about 600 meters far from the mine entrance (Longitude: -75.231876° , Latitude: -13.226656°).

The present work has the purpose of evaluating the concentration of elements present in the discharge of the mine that could have significant impact in the water of the Lagoon San Francisco identifying, in this way, the high-priority pollutants to be considered in the elaboration of bioremediation strategies for the area.

2. Material and Methods

In June 2006, samples of superficial water of the mine entrance "Dollar" and the Lagoon San Francisco, were collected according to the recommendations of the Instituto Nacional de Recursos Naturales for the surveillance of quality of waters (INRENA, 2006).

For the surveillance of the quality of water, physical-chemical and biological methods (Fall et al, 2007) were used, however, these last ones should be properly integrated to the program of general surveillance (Rendon et al, 2006; Ruiz et al, 2006; Benet-Monico et al, 2006). We used validated physical-chemical methods because the biological indicators of the Andean Region are not standardized.

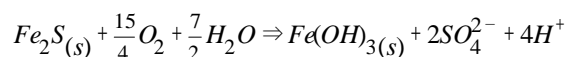
Collected samples were sent to ALS Environmental Co. (ALS Perú), for the determination of physical and chemical parameters, inorganic, and organic. For the determination of heavy metals (total and dissolved) the analysis is carried out using procedures adapted Standard from Methods for the Examination of Water and Wastewater 20th Edition 1998 published by the American Public Health Association, and with procedures adapted from Test Methods for Evaluating Solid Waste SW-846 published by the United States Environmental Protection Agency (EPA). The procedures involved preliminary sample treatment by acid digestion, using either hotplate or microwave oven, or filtration (EPA Method 3005A). Instrumental analysis is by atomic absorption/emission spectrophotometry (EPA Method 7000 series), inductively coupled captures-optical emission spectrophotometry (EPA Method 6010B), and/or inductively coupled captures -mass spectrometry (EPA Method 6020). The activity concentration of K-40 and U-238, expressed in bequerelios/L (Bq/L), was determinate for its isotopic abundance from the concentrations of potassium and total uranium in the samples. The results are presented as mean values with an uncertainty of 95% (Eurachem, 2000).

As standard of reference for the effluents of the mine entrance, the values settled down by the R.M. N° 011-96/EM/VMM "Niveles Máximos Permisibles de Emisión de Efluentes Líquidos para la Actividad Minero-Metalúrgica" (MEM, 1996) was used. For samples of water of San Francisco lagoon, the standard values settled down in the D.L. 17752

“Ley general de Aguas” (Peru, 1993) were used.

3. Results and Discussion

The water drained out of the “El Dollar” mine presents physical and chemical characteristics markedly different to the water of the San Francisco lagoon (Tables 1 and 2). These characteristics are determined by the process of sulfide oxidation, being observed to high concentration of sulfate (566 mg/L), however, the determinations of sulfur in water gave values below the detection limit for what is probable that the sulphur's like the FeS₂ and FeS are oxidized quickly in contact with the oxygen and the water, ending up being acidified the means due to the drop present alkalinity (<1mg CaCO₃/L) according to the equation:



Given their strongly acid character, the water of the mine entrance will be characterized for high concentrations of Fe (12.5 mg/L), sulfates and H⁺, derived of the oxidation of the FeS₂: Si (8.04 mg/L), Al (3.17 mg/L) and some derived basic ions of the mineral hydrolysis carried under these conditions. The conductivity in the water of the mine entrance is high (1126 μ S/cm)

and the concentration of ions dissolved in the means is considerable regarding the water of the San Francisco lagoon.

Monterroso and Masias (1998) have classified drainage of mines in three types according to the degree of influence of the process of sulfur's oxidation and the degree of neutralization of the generated acidity. In this way, the waters of the mine entrance “El Dollar” is classified in the Group IIIa, not considered as waters neutralized, moderately affected by the sulfur's oxidation, where the acidity generated during the oxidation of the FeS₂ is barely neutralized, presenting values pH means in the range 3.1 at 3.5. The characteristics of this water are oxidizers, and they maintain in breakup relatively high quantities of Fe, (generally valued means between 20 and 200 mg /L with ends of 4 and 340 mg/L). The relationships molars of SO₄: Fe (45:1 for the mine entrance) in breakup they it plows always very superior to the theoretical one derived of the oxidation of

the pyrite; this shows an important precipitation of iron components in the channels of circulation of water.

The presence of radioactive elements in water was not significant; mine entrance presented concentrations of 0.0235 Bq/L of U-238 and < 0,0620 Bq/L of K-40; on the other hand, the lagoon San Francisco presented concentrations of 0.0002 Bq/L of U-238 and 0.0774 Bq/L of K-40.

The total heavy metals of environmental importance were Zn (52 mg/L), Mn (34.5 mg/L) and Fe (12.5 mg/L). Other elements of smaller abundance were Ca (75.9 mg/L), Na (24.9 mg/L) and Mg (15.4 mg/L) (Table 3).

Concentrations of zinc and iron surpass the permissible maximum levels settled down in Peru for effluents miner-metallurgist (Zn:3 mg/L and Fe:2 mg/L), this way, as consequence of the characteristics of oxidation that plows carried out in the water of the it mines entrance the levels of zinc and iron were 17 and 6 times more respectively.

The lagoon San Francisco is to body of water located at a distance of 600 meters of the mine entrance “Dollar” approximately; it receives his effluents in continuous form. During the travel, acid waters coming from the mine entrance will suffer to series of interactions with the components that form the environment, this way, the waters will suffer in first instance to dilution process (hydrological component) for then interaction with the geologic components for sedimentation of solids in suspension, adsorption of elements with the colloidal particles of the floor, infiltration to different levels and geochemical processes by means of the formation of compound and throws that cannot be transported by the course of water.

The biological components also contribute in the retention process or decrease of fractions of pollutants during the journey; for example, microbial activity, geochemical processes, root retention and bioaccumulation constitute factors of importance for this process. As a consequence of these interactions, the strongly acid of the waters of the Mine entrance (pH=3.2) it is neutralized, arriving at acceptable levels for the waters of to lagoon (pH =7.8).

The elements that suffer little or any transformation during the transfer of the water of the mine entrance to the Lagoon are Mg, Na, and Ca, arriving at the lagoon relative

fractions from 0.1 to 1.0, regarding the initial concentration in the mine entrance. The elements that suffer intermediates transformations in the ecosystem are Pb and As, with relative fractions among 0,1 and 0,01 and the elements that suffer the biggest transformations it plows the Zn, Cu, Fe and Mn.

Based on these observations, it is appreciated that the elements of importance for the environment are Pb, As, Zn, Cu, Fe and Mn that which means that these elements will be incorporated to the terrestrial ecosystem producing different impact degrees.

The analytic results indicates that the concentrations of heavy metals and other elements were below the established levels in the Ley General de Aguas, Clase III, presenting better quality in comparison with other bodies of water as the rivers Mantaro, Yauli and Andaychagua in the region of La Oroya [UNES, 2000].

When evaluating the temporary variation of the concentrations of heavy metals, taking like bases the studies made in the years 2000, 2002 (BGR, 2002), we can appreciate that the Cu, Zn, Mn and Pb levels have been increased in function of the time, presenting to positive tendency.

Hakanson and Bryhn (2007) discusses the remediation strategies for the sustainable handling in lakes of Denmark, using indicators easy to measure, understand and to predict, as well as the uses of predictive models validated. In our study, we don't have predictive models validated for the Andean area of study, however, when carrying out estimates of curved of concentration in function of the time, it was found that Pb, Mn, Zn and Cu present to positive tendency and they present the following model:

$$Y = (A * c)^{-m}$$

Where:

Y: Concentration of the element (mg/L)

A: Year calendar

c: slope of the curve

m: intersection factor

Under certain general conditions, estimates of the temporary variations allow to estimate the year in that the concentrations will surpass the permissible maximum

levels settled down by the Ley general de Aguas del Perú if the discharge level continues and don't vary the conditions of the means.

It is important to mention that although we did not identified any extractive activity in the place of interest for this study, however, registration of trout culturing in Pacococha Lagoon financed by the Peruvian Government exists, reason for which it is important to maintain the quality of this water in such a way that peoples living close to this areas can carry out their economic activities without risk to the health of anybody.

4. Conclusions

Considering exclusively the physical and chemical analysis of the hydrological component of the ecosystem "Mine-Lagoon San Francisco", we can affirm that in spite of the high acidity level due to the process of oxidation that they carried out in the mining unit, the waters of the Mines entrance don't have any significant impact in the waters of the Lagoon San Francisco.

If the rate of discharge of water through the mine entrance into the lagoon is constant, then it is being considered that to medium term the manganese and lead concentrations in the waters of the lagoon will end up surpassing the levels settled down by Ley General de Aguas, by the years 2016 and 2044 respectively, for what is convenient to consider these two elements inside the strategies of integral bioremediation that it will be carried out in this ecosystem.

The elements of lives environmental importance are retained in the itinerary of the waters by the terrestrial ecosystem for what becomes necessary to carry out the impact study in the geologic and biological components of the ecosystem.

5. Acknowledgements

Thanks are due to IAEA for supporting this study under Technical Co-operation Project No. PER/8/014 and to the experts Eng. Alberto Castillo (Argentina) and Barrie Johnson (United Kingdom).

6. References

- [1] Benet-Monico A, Cornell S, Chatterton P, Wilson L. Water quality of the Madang Lagoon, Papua New Guinea: a status report. Mar Pollut Bull. 2006 Apr; 52(4):458-65.

- [2] BGR. Assessment of Environmental Hazard Potential and Remediation Options of the Ticapampa and Pacococha Tailings, Peru. Federal Institute for Geosciences Natural and Resources. PROJECT NOT. 1994.2029.0. Development of Measures to Minimize Adverse Environmental Impacts Generated by Abandoned Mines in Developing Countries; 2002. 31 p.
- [3] Bonelli J. The mining environmental administration from the DGAAM. [monografía en Internet]. Ministerio de Energía y Minas. 2005. Disponible en: <http://www.minem.gob.pe/archivos/dgm/inversiones/DGAAM.ppt>.
- [4] Conesa HM, Garcia G, Faz A, Arnaldos R. Dynamics of metal tolerant plant communities development in mine tailings from the Cartagena-La Union Mining District (SE Spain) and their interest for further revegetation purposes. *Chemosphere*. Mar 8 2007.
- [5] Espinoza M. Bioremediación de minas abandonadas. Proyecto de cooperación técnica financiado por el Organismo Internacional de Energía Atómica. (2003).
- [6] Eurachem/Citac. Quantifying uncertainty in analytical measurement. Eurachem/Citac Guide QUAM:2000.P1. Second edition. Eurachem/Citac Working Group; 2000. 126 p.
- [7] Fall C, Hinojosa-Pena A, Carreno-de-Leon MC. Design of a monitoring network and assessment of the pollution on the Lerma River and its tributaries by wastewaters disposal. *Sci.Total Environ*. 2007 Feb 1; 373(1):208-19.
- [8] Hakanson L, Bryhn AC. Goals and remedial strategies for water quality and wildlife management in a coastal lagoon – A case-study of Ringkobing Fjord, Denmark. *J Environ Manage*. 2007 Jan 31.
- [9] INRENA. Vigilancia de la calidad de aguas. [monografía en Internet]. Instituto Nacional de Recursos Naturales. 2006. Disponible en: http://www.inrena.gob.pe/irh/irh_proy_cal-aguas.htm.
- [10] Liao SW, Sheu JY, Chen JJ, Lee CG. Water quality assessment and apportionment source of pollution from neighboring rivers in the Tapeng Lagoon (Taiwan) using multivariate analysis: a case study. *Water Sci Technol*. 2006; 54(11-12):47-55.
- [11] Ministerio de Energía y Minas. Máximo permisible de descarga para efluentes líquidos minero-metalúrgicos. Resolución Ministerial N° 011-96-EM/VMM. Lima: Perú; 1996. p. 136826–136828.
- [12] Mendoza A, Valverde S, Matos C, Langer H. Inventario de minas inactivas del Departamento de Huancavelica. Ministerio de Energía y Minas. Universidad Nacional de Ingeniería. Lima: Perú; 1998. 141 p.
- [13] Monterroso C, Masías F Waters of drainage of mines affected by the sulphur's oxidation, seasonal variations in their composition. *Edafología*. 1998 Dec; 5:71-82.
- [14] Pandey PK, Sharma R, Roy M, Pandey M. Toxic mine drainage from Asia's biggest copper mine at Malanjkhanda, India. *Environ Geochem Health*. 2007 Feb 6.
- [15] Congreso de la República del Perú. Ley General de Aguas. D.L. N° 17752. Lima: Perú (1993) 63 p. Disponible en: http://www.inrena.gob.pe/irh/irh_blegal_dley.htm.
- [16] Ley N° 28271. Ley que Regula los Pasivos Ambientales de la Actividad Minera. Diario Oficial El Peruano. Lima: Perú. (2004) p. 271834 – 271835.
- [17] Redlieds. Latin American Net on Extractive Industries and Sustainable Development. [serie en Internet] Lima, Peru. 2005. Disponible en: [http://biblioteca.unmsm.edu.pe/redlieds/Proyecto/Noticias/Abril2005/11_04\(3\).htm](http://biblioteca.unmsm.edu.pe/redlieds/Proyecto/Noticias/Abril2005/11_04(3).htm)
- [18] Rendon-Von Osten J, Memije MG, Ortiz A, Soares AM, Guilhermino L. An integrated approach to assess water quality and environmental contamination in the fluvial-lagoon system of the Palizada River, Mexico. *Environ Toxicol Chem*. 2006 Nov; 25 (11):3024-34.
- [19] Ruiz F, Abad M, Olias M, Galan E, Gonzales I, Aguila E, Hamoumi N, Pulido I, Cantano M. The present environmental scenario of the Nador Lagoon (Morocco). *Environ Res*. 2006 Oct; 102(2):215-29.
- [20] UNES. Evaluación de la calidad del aire, agua y suelos en la Provincia de Yauli – La Oroya; 2000.

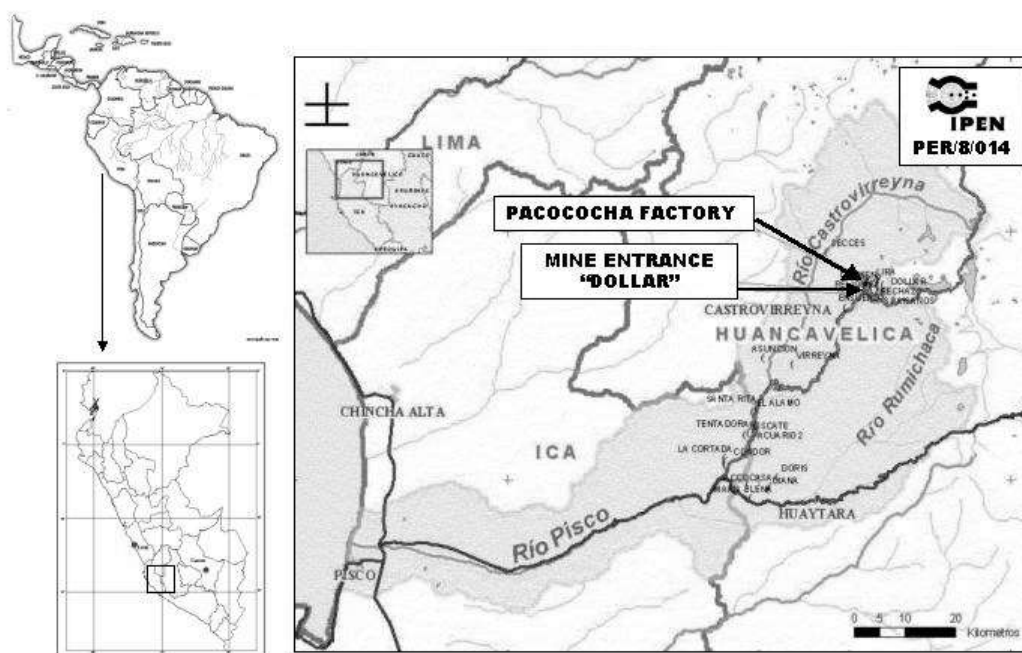


Figure 1: Location of the Study Area.

Table 1: Physical-chemical parameters.

| N° | Parameters | Units | Entrance to the mine "El Dollar" | San Francisco Lagoon |
|----|------------------------|-------------------------|----------------------------------|----------------------|
| 01 | Total alkalinity | mg CaCO ₃ /L | < 1 | 48 ± 2 |
| 02 | Conductivity | μ S/cm | 1126 ± 56 | 249 ± 12 |
| 03 | Total hardness | mg CaCO ₃ /L | 300 ± 17 | 74 ± 4 |
| 04 | PH | PH | 3.17 ± 0.5 | 7.79 ± 0.5 |
| 05 | Dissolved total solids | mg/L | 818 ± 40 | 136 ± 5 |
| 06 | Suspend total solids | mg/L | 11 ± 0.8 | 5 ± 0.4 |

Table 2: Inorganic and organic components in waters.

| N° | Component | Units | Mine Entrance | San Francisco Lagoon |
|----|-----------------------------|----------------------|---------------|----------------------|
| 01 | Chloride | mg/L | < 0.5 | 19.9 ± 0.5 |
| 02 | Fluoride | mg/L | 0.96 ± 0.1 | 0.08 ± 0.01 |
| 03 | Sulfate | mg/L | 566 ± 25 | 37 ± 2 |
| 04 | Sulfite | mg/L | < 0.002 | < 0.002 |
| 05 | Cyanide | mg/L | < 0.005 | < 0.005 |
| 06 | Total Phosphorous | mg/L | < 0.03 | < 0.03 |
| 07 | Nitrogen - Amonnia | mg/L | < 0.04 | < 0.04 |
| 08 | Nitrogen – Nitrate | mg/L | 0.009 ± 0.001 | 0.012 ± 0.001 |
| 09 | Nitrogen – Nitrite | mg/L | < 0.01 | < 0.01 |
| 10 | Demands Chemistry of Oxygen | mg O ₂ /L | < 20 | < 20 |

Table 3: Major macro-element concentrations in waters (mg/L).

| No. | Element | Mine entrance | | | | | | San Francisco Lagoon | | | | | |
|-----|---------|---------------|---|------|-----------|---|------|----------------------|---|------|-----------|---|------|
| | | Total | | | Dissolved | | | Total | | | Dissolved | | |
| 01 | Fe | 12.50 | ± | 0.53 | 7.98 | ± | 0.38 | 0.06 | ± | 0.01 | < 0.03 | | |
| 02 | Mn | 34.50 | ± | 1.26 | 35.5 | ± | 1.24 | 0.24 | ± | 0.13 | 0.22 | ± | 0.11 |
| 03 | Na | 24.90 | ± | 0.81 | 24.3 | ± | 0.92 | 19.60 | ± | 0.28 | 18.9 | ± | 0.25 |
| 04 | Ca | 75.90 | ± | 3.45 | 74.1 | ± | 3.51 | 23.70 | ± | 0.72 | 22.9 | ± | 0.66 |
| 05 | K | 2.00 | ± | 0.11 | 2.0 | ± | 0.10 | 2.50 | ± | 0.10 | 2.4 | ± | 0.10 |
| 06 | Mg | 15.40 | ± | 0.53 | 14.9 | ± | 0.49 | 3.86 | ± | 0.11 | 3.72 | ± | 0.09 |

Desarrollo de un sistema portátil de análisis de calidad de agua

Germán Comina², Jackelin Venero², Hugo Alarcón², José Solís^{1,2,*}

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

² Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Casilla 31-139, Lima, Perú

Resumen

Se ha desarrollado un prototipo que puede monitorear la calidad del agua en tiempo real cuyo principio es la “lengua electrónica”. Los principios del sistema son métodos electroquímicos, involucra la combinación de varios sensores electroquímicos no selectivos (electrodos de metales), el procesamiento y tratamiento de las señales, y un algoritmo de reconocimiento de patrones. Los patrones son únicos para cada muestra líquida y son interpretados con un análisis de componentes principales. El sistema determina atributos (calidad, estado del proceso, etc.) antes que parámetros simples. El prototipo es portátil y ha evaluado la calidad del agua de consumo humano en una zona rural (Yaurisque, Cusco). El sistema ha logrado discriminar agua con diferentes composición química y bacteriológica.

Abstract

A prototype has been developed that could monitor the water quality in real time based on an “electronic tongue”. The system is based on electrochemical methods and involves the combination of non-selective sensors (metal electrodes), the signal processing part, and a pattern recognition. It determines attributes (quality, status of a process, etc.) rather than single parameters. Unique response patterns for liquid samples are interpreted with principal components analysis. The prototype is portable and has evaluated the water quality in a rural area (Yaurisque, Cusco). The system could discriminate water with different chemical and bacteriological composition.

1. Introducción

Contar con agua potable segura es un derecho de toda persona, sin embargo, gran parte de la población mundial no tiene acceso al mismo. En el Perú se tiene agua de baja calidad en las zonas rurales y en la periferia de las zonas urbanas, debido a que no cuentan con redes de agua y desagüe. La contaminación y el limitado acceso al agua inducen problemas sociales, económicos y de salud. Por ende la incidencia de diarrea infantil y de enfermedades endémicas fatales (hepatitis, fiebre tifoidea o cólera) es muy alta. Si bien es cierto, en zonas urbanas existen adecuados niveles de tratamiento de agua por parte del estado o empresas privadas. En cambio en las zonas rurales los pobladores utilizan agua de río, pozo, u otra fuente, que no está caracterizada.

Para determinar la calidad del agua se determina su característica físico química y biológica. En agua libre de contaminación de elementos pesados, los parámetros bacteriológicos del mismo tienen mayor importancia [1]. Los organismos coniformes son buenos indicadores de la calidad higiénica del agua. Las bacterias coliformes, comprenden la *estericchia coli* y *Enterobacter aragenes*. El hallazgo de

coliformes en el agua indica la polución o contaminación fecal y no es apta para consumo humano. Existen diversas pruebas para analizar la presencia de coliformes totales y coliformes fecales, entre éstas tenemos: el método del número más probable de coliformes (MPN), la filtración a través de una membrana (MF) y la prueba Colilert. El método MPN emplea un medio de cultivo líquido en múltiples tubos de ensayos a los cuales se añaden la muestra de agua. Una prueba positiva ocasiona la producción de ácido (color amarillo) y constituye una presunción positiva que requiere confirmación. Mientras que en el método MF, la muestra de agua se pasa a través de un filtro de membrana estéril que retiene las bacterias y luego la membrana se transfiere a la superficie de un medio sólido o a un soporte absorbente, conteniendo el medio de cultivo. Luego se examina la membrana y se cuentan las colonias verdes violáceos con resplandor metálico. En la prueba Colilert se añade una muestra de agua de 100 ml a un reactivo Colilert. Si hay coliformes, el medio adquiere un color amarillo después de 24 h que se encuentra a 35 °C. Estos procesos de microbiología demoran por lo menos 18 h

* Correspondencia autor: jsolis@ipen.gob.pe

para dar los resultados del análisis. Usando estas técnicas tradicionales no se puede monitorear el agua en tiempo real y un técnico tiene que hacer la medida, lo cual hace que sea inviable de implementarlo en zonas rurales.

Hemos desarrollado un prototipo para el análisis del agua para consumo humano en zonas rurales cuyo principio es un sistema conocido como “lengua electrónica” que puede discriminar diferentes muestras líquidas [2-5]. La lengua humana consta de una gran cantidad de células del gusto que están diseminados por ella. El líquido o alimento que uno ingiere estimula estas células que envían información a través de las neuronas al cerebro donde se compara con patrones almacenados y se reconoce el sabor. Imitando los sistemas biológicos, se han desarrollado lenguas electrónicas que son sistemas que determinan atributos del líquido analizado (ver Figura 1).

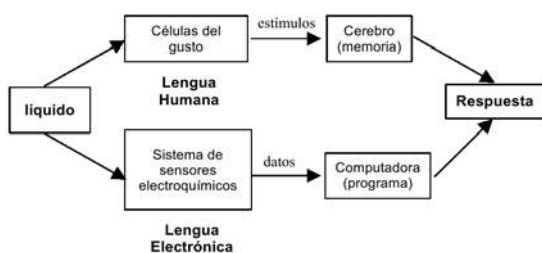


Figura 1: Esquema de una lengua humana y electrónica.

Los principios del sistema desarrollado son métodos electroquímicos [6], involucra la combinación de sensores no selectivos (electrodos metálicos), el procesamiento y tratamiento de las señales y un algoritmo de análisis de patrones [7].

2. Prototipo del sistema de análisis de calidad de agua

El sensor electroquímico utilizado se basa en una celda voltamétrica modificada, donde se tiene electrodos de trabajo de oro y platino, y el contra electrodo y electrodo de referencia es acero inoxidable. Este sistema estará en contacto con el líquido de estudio, y por medio de un potencióstato portátil Uniscan PG580 se le aplica pulsos de voltaje y se mide la corriente que pasa a través de cada electrodo de trabajo y electrodo de referencia. Esta corriente es función de la naturaleza del líquido que se analiza. Utilizando como herramienta el análisis multivariacional (el

análisis por componentes principales (PCA)) se puede discriminar líquidos, y también detectar y medir la concentración de un cierto material en el líquido que se analiza [8, 9]. En la Figura 2 se observa el diagrama esquemático del prototipo desarrollado.

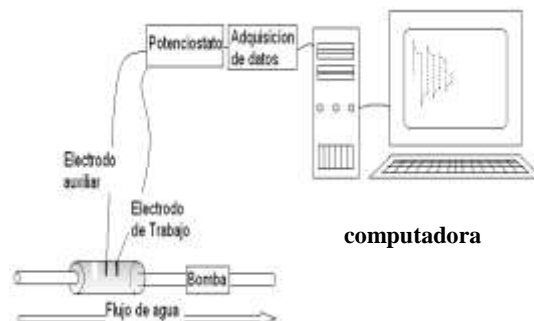


Figura 2: Diagrama esquemático del sistema de calidad de agua desarrollada.

Los pares de electrodo de trabajo y auxiliar se han diseñado y desarrollado en el laboratorio. Se fabricó un cabezal sensor, ver Figura 3a, que funciona como soporte para los electrodos de una celda electroquímica de dos electrodos. La base de soporte es de acero inoxidable y funciona como contra-electrodo, los electrodos de trabajo se fabricaron con alambre de oro (Premion®, 1 mm de diámetro, con una pureza de 99.985%) y platino (World Precision Instruments Inc, 1 mm de diámetro). El aislante que soporta a los electrodos de trabajo en la estructura del contra-electrodo es acrílico dental (3M ESPE Valux Plus).

Para la toma de muestra de forma automática e incrementar la reproducibilidad en la toma de muestras, se fabricó un mezclador de líquidos con cinco entradas. En el proyecto solo se usó una entrada. Se ha diseñado una cámara de medida donde se colocará el líquido a analizar, se limpiará y se colocará otro de una forma automática mediante una pequeña bomba. La Figura 3b muestra la cámara de medida y en la tapa se encuentra los electrodos. La cámara de medida se fabricó con Teflon®.

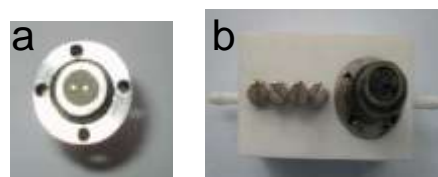


Figura 3: Fotografías de la parte superior del cabezal sensor (a) y de la cámara de medida (b).

La Figura 4 muestra la fotografía del prototipo desarrollado.



Figura 4: Foto del sistema desarrollado.

3. Muestras de agua

En el presente trabajo se analizaron muestras de agua contaminada con *E. coli* de tres fuentes diferentes: agua contaminada en el laboratorio, agua contaminada de puquios ubicados en Puente Piedra, Lima, y agua contaminada del río Yaurisque ubicado en Yaurisque, Cuzco.

Los resultados de los análisis microbiológicos de las muestras de agua fueron realizados en el Laboratorio “Marino Tabusso” de la Universidad Nacional Agraria La Molina.

3.1 Preparación de las muestras de agua contaminada en el laboratorio

Se sembró *E. coli* (ATCC10536) 24 h antes del experimento en placas Petri. La siembra se realizó tomando un inóculo con el Asa de Coll, luego se dispersó el cultivo sobre toda la placa sin dejar espacios vacíos, las placas sembradas se dejaron en la incubadora por un espacio de 18 h. Se colectó 5 l de agua potable un día antes de cada prueba, para disminuir el nivel de cloro residual en el agua. Al día siguiente se retiró de la incubadora la placa que contiene el cultivo y se dejó a temperatura ambiente por 10 min, luego se tomó una alícuota de 3 ml del agua colectada y se mezcló suavemente con el cultivo, con la ayuda de una Asa de Coll para preparar un concentrado de bacterias. Se cogió 100 µl de este concentrado y se mezcló con 160 ml adicionales de agua, esta mezcla se agregó al balde que contiene los 5 l de agua. En todo momento se trabajó al lado de un mechero Bunsen para crear un ambiente estéril en el área de trabajo.

3.2 Muestra de agua contaminada de puquios ubicados en Puente Piedra

Los puquios Choqué, Tamboinga y Sauces se encuentran en la zona industrial, San Remo, y Gallinazos, respectivamente. Todos estos puquios están en el distrito de Puente Piedra. Los tres puquios están expuestos sin ningún tipo de protección, los pobladores acceden a estas fuentes de agua de manera directa para abastecerse, incluso entrando con zapatos a dichas fuentes. En algunos casos se observó que bañan a sus mascotas, lavan su ropa, etc. La fuente del manantial no se protege en ninguno de estos puquios. En esta zona la capa freática esta muy próxima a la superficie, y el puquio Choqué se encuentra próximo a un canal de desagüe.

Los resultados del análisis microbiológico (Tabla 1) muestran que el agua de estos puquios esta contaminada.

Tabla 1: Resultados del análisis microbiológico de muestras de agua de puquio.

| Análisis microbiológico (APHA AWWA WEF – 1998) | | Puquio Choque | Puquio Tamboinga | Puquio Sauces |
|--|--|---------------|----------------------|----------------------|
| Recuento de heterótrofos (UFC/ml) | | 75 x10 | 28 x10 ³ | 52 x 10 ² |
| Enumeración de coliformes totales (NMP/100ml) | | 92 x10 | 24 x 10 ³ | 49 x 10 ² |
| Enumeración de coliformes fecales (NMP/100ml) | | 49 x 10 | 24 x 10 ³ | 49 x 10 ² |
| Enumeración de E-coli (NMP/100ml) | | 24 x 10 | 21 | 20 x 10 |

La presencia de heterótrofos, y la presencia de coliformes totales es alta, siendo la mas contaminada con estos microorganismos, la muestra del puquial Tamboinga. En estas muestras también se ha encontrado la presencia de coliformes fecales en cantidades considerablemente altas. La presencia de *E. coli* se encontró en las tres muestras, siendo el agua del puquial Choqué la mas contaminada con *E. coli*.

Para las pruebas de laboratorio se seleccionó el agua proveniente del puquio Choqué debido a que tiene una gran cantidad de *E. Coli*.

3.3 Caracterización microbiológica de muestras de agua

Para la caracterización microbiológica del agua contaminada se utilizó el método de filtración de membrana. Este método se puede utilizar en zonas rurales con un equipo portátil DelAgua de Oxfam. Se rotulan 2 frascos que contienen 9.9 ml de agua destilada estéril para realizar las diluciones. Luego se añade 100 μ l de agua contaminada con la ayuda de una micro pipeta al primer frasco, esto corresponde a una dilución 10^{-2} . Posteriormente se coge 100 μ l de esta dilución y se agrega al segundo frasco de agua destilada estéril y se mezclan suavemente, esto corresponde a una dilución 10^{-4} . Esta dilución se filtra con una membrana, luego esta membrana se coloca sobre las placas pad al que se ha añadido 1.75 ml de Lauril sulfato. Después de colocar la membrana con la muestra en la placa se deja unos minutos al ambiente y luego se lleva a la incubadora a 37 °C entre 19 y 20 h, al cabo del cual se realiza el conteo o lectura de las unidades formadoras de colonia por 10 ml (UFC/10ml). Expresando el número de colonias por la dilución a la que se ha trabajado.

La esterilización del equipo de filtración se realizó por la incineración con alcohol metílico, y para desinfectar superficies y otros se usa alcohol etílico. Si el número de UFC/10 ml exceden a 800 se considera incontable como lo indica el método. En todo el trabajo se ha tenido especial cuidado con la limpieza e higiene del material y el ambiente de trabajo.

3.4 Muestra de agua de una zona rural, Yaurisque, Cusco

El prototipo fue probado en una zona rural. Este trabajo experimental de campo se realizó en el distrito de Yaurisque a unos 48 km de la ciudad de Cusco. El lugar esta ubicado a una altitud de 3330 m sobre el nivel del mar y el agua de consumo humano no tiene ningún tipo de tratamiento.

Sobre el río Yaurisque desembocan los desagües de la posta médica y del colegio del lugar, el trabajo se ha llevado acabo en colaboración con el Centro de Capacitación de Desarrollo, CECADE, de Cusco.

4. Resultados y Discusión

Inicialmente se realizaron las pruebas de voltametría cíclica a muestras de agua limpia y contaminada artificialmente para determinar el rango de voltaje en el cual tienen diferente respuesta. El agua contaminada artificialmente tiene un número de UFC/10 ml que exceden a 800, por ende se considera incontable como lo indica el método, se usó agua muy contaminada para ver si se puede diferenciarla respecto del agua limpia.

Se eligió un rango de trabajo entre 0.8V y -0.8V para evitar la descomposición del agua y una velocidad de barrido de 20 mV s^{-1} , los voltagramas obtenidos para el agua limpia y contaminada (ver Figura 5) nos muestran una marcada diferencia (un corrimiento en valores de corriente) entre -0.1V y -0.4V.

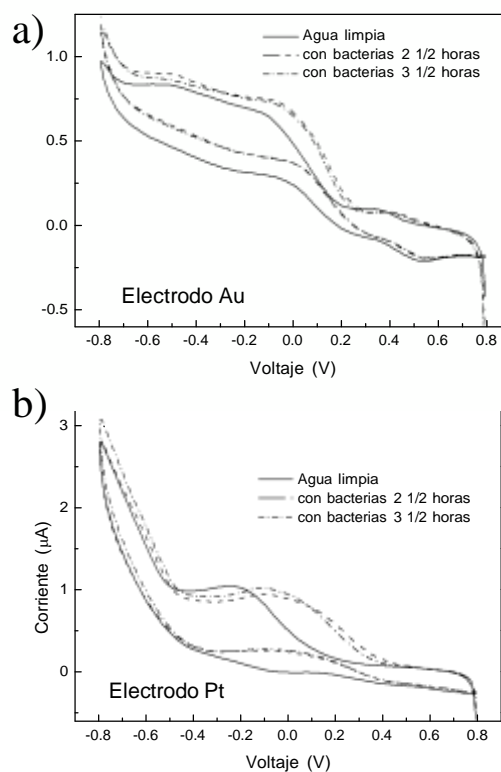


Figura 5: Voltametría cíclica del agua limpia y contaminada con *E. coli* para el electrodo de oro (a) y platino (b).

A partir de la voltametría cíclica se eligió un potencial escalón como se muestra en la Fig. 6, para el análisis de agua. Las muestras de agua contaminada se midieron después de 2 h 30 min y 3 h 30 min de preparada la muestra.

Se puede observar que las medidas son reproducibles.

Usando este voltaje escalón se puede observar la diferencia entre el agua limpia y el agua contaminada con *E. coli*, los voltajes establecidos fueron de -0.3V y de -0.4V por un tiempo de 2 s. Se prepararon tres muestras con diferentes concentraciones de *E. coli*, como se muestra en la Tabla 2.

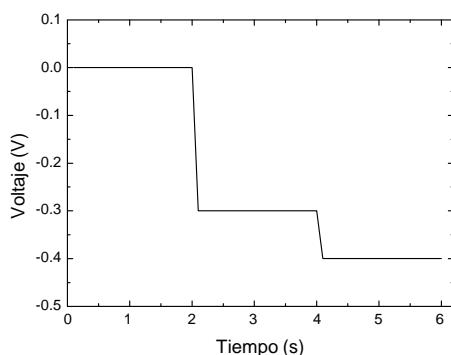


Figura 6: El voltaje en función del tiempo utilizado para el análisis de agua.

Se midió tres veces cada una de las tres muestras en orden aleatorio usando el potencial escalón que se observa en la Fig. 6. En la Figura 7a se observa las corrientes de respuesta de los electrodos de Au y Pt a las diferentes muestras de agua contaminada artificialmente, solamente con el electrodo de Au se puede diferenciar claramente las muestras. Para una mejor visualización se obtuvo la gráfica de componentes principales para del electrodo de Au (ver Fig. 7b).

Tabla 2: Concentraciones de las muestras de agua contaminadas en laboratorio.

| Muestra | M3 | M2 | M1 |
|---------------------------------|------------------------------|------------------------------|----------------------|
| Concentración de <i>E. coli</i> | Alta | Media | Baja |
| UFC/ 10 ml | Incontables $\times 10^{-1}$ | Incontables $\times 10^{-2}$ | 554×10^{-4} |

Una forma económica de desinfectar agua es por medio del uso de la radiación solar, esta técnica se conoce como descontaminación de agua en unidades independientes (DSAUI) [10, 11]. Esta técnica consiste en la irradiación solar de agua contaminada contenida en botellas de plástico (recipientes de bebidas comerciales), obteniéndose al

final del proceso agua apta para consumo humano.

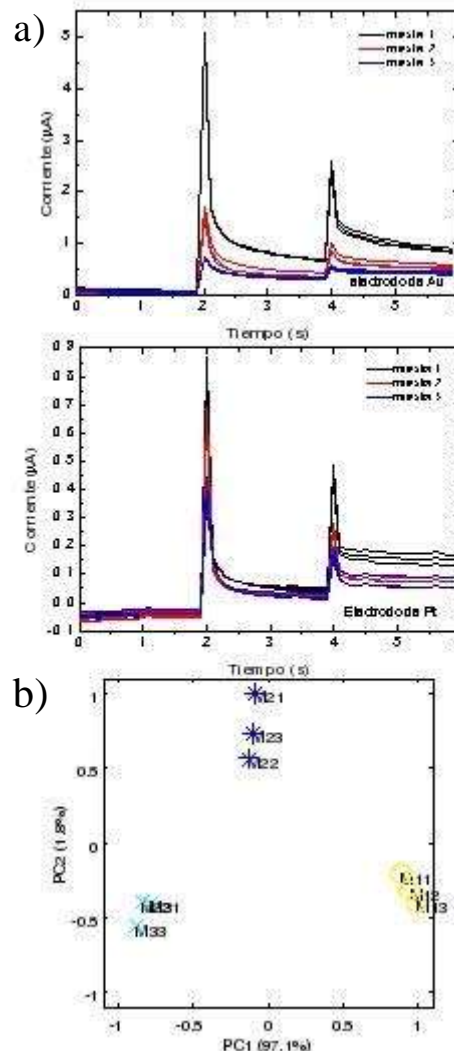


Figura 7: a) La respuesta de corriente en función del tiempo para las muestras de agua contaminada para los electrodos de Au y Pt, y b) la gráfica de componentes principales para el electrodo de Au.

Para evaluar nuestro sistema desarrollado, empleamos agua del puquio de Choque, de Puente Piedra; que se encuentra contaminada con *E. coli*, y con bacterias del género *Pseudomonas sp.* Tres muestras de agua colocadas en botellas de polietileno-tereflatato (PET) de 500 mL fueron expuestas a la radiación solar durante 4 h (10 a.m a 2 p.m). Se supervisó el proceso de desinfección del agua contaminada cada hora y los resultados obtenidos con el sistema desarrollado se muestran en la Fig. 8. Se

observa que las muestras se pueden discriminar fácilmente, el prototipo puede monitorear el proceso de desinfección solar. La muestra inicial tenía 42×10^{-1} UFC/10 ml de *E. coli* y al cabo de 4 h de irradiación solar no tiene *E. coli*.

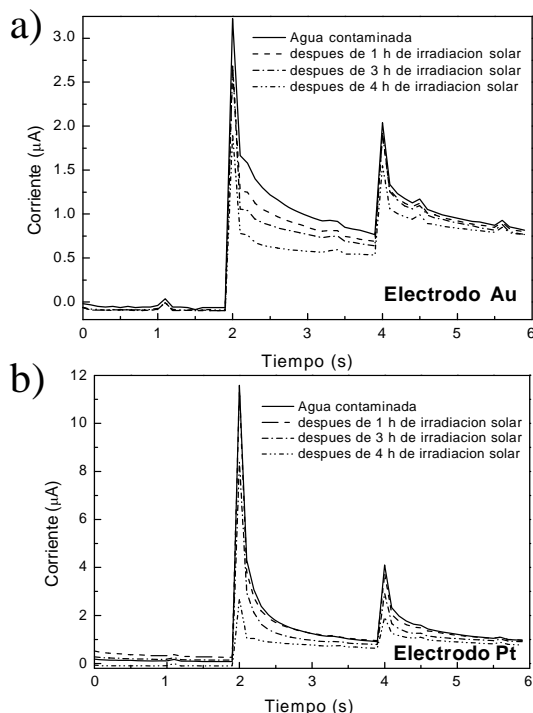


Figura 8: La respuesta de corriente en función del tiempo para las muestras de agua contaminada para los electrodos de Au (a) y Pt (b), sometidas diferentes tiempos de irradiación solar.

Una vez que el sistema ha sido optimizado con pruebas de laboratorio se procedió a realizar medidas en una zona rural, Yaurisque, Cusco. Las muestras de agua del río Yaurisque en botellas PET se expusieron al sol por 4 h. Se logró supervisar la desinfección del agua con el prototipo. Las muestras colectadas del río Yaurisque fueron analizadas microbiológicamente y muestran una gran contaminación de *E. coli* (ver Tabla 3). Estas disminuyen después de ser irradiadas con luz solar y después de 4 h presentan aun una pequeña cantidad de *E. coli*.

En la Figura 9 se muestra la respuesta típica de las muestras de agua del río inicialmente y después de ser irradiada con luz solar por 1h, 2h, 3 h, y 4h. Se puede distinguir las muestras pero no fácilmente. Para lo cual se realizó el análisis de componentes principales, el cual

ayuda a observar las diferencias que tienen las muestras de agua de río.

Tabla 3: Análisis microbiológico de las muestras de agua del río Yaurisque, Cusco.

| Tiempo | UFC/10 ml |
|--------------------|-------------------------------------|
| inicial | 190 x 10 Pseudomonas sp. |
| T ₁ 1 h | 71 x 10 Pseudomonas sp. |
| T ₃ 3 h | 4 x 10 E. coli 4x 10 Pseudomonas |
| T ₄ 4 h | 2 x 10 E. coli |

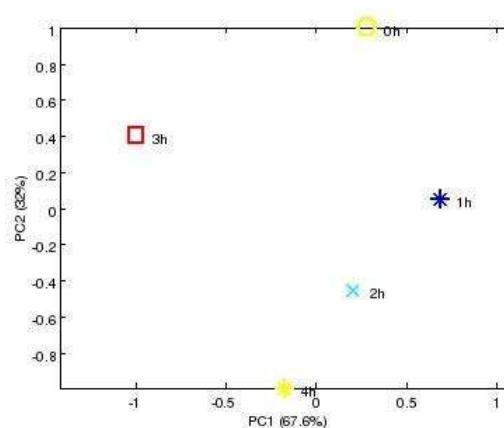


Figura 9: Gráfica de componentes principales para el electrodo de Au de muestras de agua del río Yaurisque con diferentes tiempos de irradiación solar.

5. Conclusiones

El prototipo desarrollado ha logrado diferenciar diferentes muestras de agua contaminada con *E.coli*.

Se ha encontrado que las muestras de agua necesitan analizarse desde el punto de la voltametría cíclica para optimizar el potencial escalón adecuado.

El prototipo desarrollado puede usarse en zonas rurales, puesto que con una pequeña batería se puede alimentar todo el sistema, una medida toma de dos a tres minutos, así que se puede realizar una gran cantidad de medidas.

El potencióstato portátil es la componente más cara del sistema, así que esta parte será reemplazado por un potencióstato diseñado

con una tarjeta de adquisición usando el puerto USB.

6. Agradecimientos

Al CONCYTEC y al Instituto de Investigación de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería por la ayuda económica para la realización del trabajo.

7. Bibliografía

- [1] Nollet LM. Editor. Handbook of Water Analysis (Food Science and Technology). New York, 2000.
- [2] Winquist F, Wide P, Lundstrom I. An electronic tongue based on voltammetry. *Analytica Chimica Acta*. 1997; 357:21-31.
- [3] Holmin S. Liquid sensing: Development and characterization of an electronic tongue based on electrochemical methods. [tesis Ph.D.] Universidad de Linköping University, Suecia, 2002.
- [4] Winquist F, Krantz-Rülcker C, Wide P, Lundstrom I. Monitoring of freshness of milk by an electronic tongue on basis of voltammetry. *Measurement Science and Technology*. 1998; 9:1937-46.
- [5] Comina G, Holmin S, Ivarsson P, Winquist F, Krantz-Rülcker C. COD monitoring of waste water using an electronic tongue. 2nd SENSPOL Workshop Response To New Pollution Challenges, King's College, London, UK. 4-7 June, 2002.

[6] Bard AJ, Faulkner LR. *Electrochemical Methods : Fundamentals and Applications*. 2nd. Ed. New York: Wiley Text Books; 2000.

[7] Esbensen K. *Multivariate Data Analysis in Practice*. CAMO Process AS, 2001.

[8] Comina G, Solis J, Estrada W. Uso del análisis multivariado de datos y espectrometría de absorción UV-Visible para la determinación simultánea de la concentración de Co,Cu y Ni en una solución. *TECNIA*. 2004; 14(2):57-62.

[9] Comina G. Supervisión In-Situ y en tiempo real de una muestra líquida usando PCA-3D. *REVCIUNI*. 2006; 10(1):18-22.

[10] Ollis DF, Al-Ekabi H. Editors. *Purification and Treatment of Water and Air*. Amsterdam: Elsevier; 1993.

[11] Galarza P, Sánchez E, Maurtua D, Rodríguez J, Solis J, Estrada W. Desinfección Solar de Aguas en Tambo Pariachi, Huaycán, Lima, Perú. En: Litter M, Mansilla H. Editors. *Desinfección Solar de Aguas en Comunidades Rurales de América Latina, Informe Proyecto OEA AE 141/2001*, Organización de Estados Americanos (AICD), marzo 2003.

Uso de la irradiación para mejorar la calidad de harina de yuca “*Manihot sculenta Frantz*”

Johnny Vargas^{1,*}, Marco Linares¹, Mónica Vivanco¹, Flor Quispe²

¹ Dirección de Aplicaciones, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² PROBUYSA, Jr. Libertad 455, Lima 17, Perú

Resumen

Se presentan los resultados de la descontaminación de harina de yuca utilizando radiación gamma. Muestras de harina de yuca provenientes de una industria nacional fueron sometidas a diferentes dosis alternativas de 3, 5 y 7 kGy utilizando un equipo de irradiación Gammacell 220, con fuente de Cobalto 60. Asimismo, se realizaron diferentes análisis a las muestras tratadas y de control, como ensayos microbiológicos de recuento de aerobios mesófilos, bacterias anaerobias, *Salmonella/Shiguella*, enterobacterias, coliformes totales, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Streptococcus* grupo D Lancefield, *Bacillus cereus*, hongos y levaduras. También se realizaron ensayos físicos-químicos de almidón, humedad, proteínas, grasa, cenizas, carbohidratos y acidez. No se encontraron diferencias significativas a las distintas dosis tratadas. Las muestras tratadas a una dosis de 7 kGy, reducen la población microbiana de aerobios mesófilos en 4 ciclos logarítmicos de $2,5 \times 10^7$ a $1,2 \times 10^3$ UFC/g y descontaminación total en el resto de microorganismos analizados. Adicionalmente, se realizó ensayos microbiológicos pre y post irradiación a muestras de harina de yuca procedente de una comunidad nativa de Satipo (Perú), encontrándose en la muestra control una mayor contaminación de coliformes totales $> 2\ 400$ NMP/g. Dosis de 8 kGy redujeron en 5 ciclos logarítmicos la población microbiana de aerobios mesófilos del control $2,0 \times 10^7$ a 180 UFC/g eliminando hongos y coliformes totales.

1. Introducción

La crisis mundial alimentaria esta relacionada con el alto precio de los alimentos, principalmente cereales como el trigo. Ante esta coyuntura y siendo el Perú un país importador de trigo, buscamos investigar otras alternativas promisorias de bajo costo como la harina de yuca, para el consumo nacional y/o exportación, que se utilizaría en la elaboración del pan, pastas alimenticias, productos de pastelería, piensos, etc. La harina de yuca surge como una alternativa a considerar, el problema de su aceptación radica en la susceptibilidad de la contaminación microbiana de este producto.

La harina de yuca tiene ventajas funcionales sobre la harina de trigo, porque absorbe más agua y da una consistencia más quebradiza [1].

La harina de yuca es un cultivo de comunidades pobres, que merece una especial atención.

El problema de la yuca radica que al ser una raíz del subsuelo, es un alimento húmedo propenso al crecimiento de bacterias y mohos, esta susceptibilidad a la contaminación microbiana repercute en sus productos como la harina, mermando su calidad.

Por este motivo y con el objetivo de reducir la población microbiana de aerobios mesófilos, hongos y levaduras, así como la eliminación de microorganismos indicadores y patógenos, se estudió el efecto de diferentes dosis de radiación gamma sobre la carga microbiana y las características físico-químicas en muestras de harina de yuca de una industria nacional y de una comunidad nativa de Satipo.

Debemos tener en cuenta que estos productos, al igual que las especias, hierbas y otros sazoadores vegetales no tratados, cosechados y manipulados bajo adecuadas condiciones higiénicas deberán presentar:

* Correspondencia autor: jvargas@ipen.gob.pe

- No más de 10000 bacterias coliformes/g.
- No más de 100000 propágulos de mohos por g.

La irradiación no se utiliza para la preservación de estos productos, la preservación se obtiene mediante el empaque, almacenamiento adecuado y secado apropiado.

2. Características del producto

El proceso de irradiación para este producto, se aplica en la forma en que normalmente se prepara para su uso y comercialización. Las consideraciones usuales tomadas en cuenta son la calidad y el uso de las buenas prácticas de producción. La irradiación puede ser utilizada para corregir deficiencias de calidad. Deberá evitarse la excesiva contaminación con microorganismos antes de la irradiación [2].

3. Método Experimental

Se utilizaron muestras de 7 kg procedentes de una empresa nacional y 3 kg procedentes de una comunidad de Satipo.

Los productos fueron irradiados en un equipo de irradiación Gammacell 220. La tasa de dosis para la harina de la industria nacional fue de 5.66 kGy/h aplicándose dosis de 3, 5 y 7 kGy para la harina de yuca procedente de Satipo la tasa de dosis fue de 8.6 kGy/h.

La dosimetría de los 2 productos se realizó de acuerdo con la densidad y geometría, permitiéndonos calcular los tiempos de exposición del producto a la radiación gamma para aplicar las dosis seleccionadas. Para la dosimetría se utilizó el método ASTM E 1026 – 1995 Practice for Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.

Los métodos empleados en los análisis físicos-químicos fueron consultados de las Normas Técnicas Nacionales de INDECOPI. Los métodos empleados en los análisis microbiológicos fueron realizados de acuerdo con lo señalado por la FDA (6ta Edición - 1992).

4. Resultados

Como se puede apreciar en la tabla 1 los microorganismos aerobios mesófilos son más

resistentes a la radiación que el resto de microorganismos analizados. Dosis de 7 kGy reducen en 4 ciclos logarítmicos la población de microorganismos aerobios mesófilas. Con dosis de 5 kGy se elimina la carga microbiana de enterobacterias, streptococcus grupo D de Lanceifield, hongos y levaduras, llevando hasta niveles aceptables a los coliformes totales.

Tabla 1. Análisis microbiológico de muestra de harina de yuca procedente de una industria nacional.

| DETERMINACIONES | Control | 3 kGy | 5 kGy | 7 kGy |
|------------------------------------|---------------------|--------------------|---------------------|---------------------|
| R. Aerobios mesófilos UFC/g | 2,5x10 ⁷ | 5 x10 ⁵ | 5,8x10 ⁴ | 1,2x10 ³ |
| R. bacteria anaerobias UFC/g | 6,2x10 ⁵ | 6 x10 ³ | 1,6x10 ² | <10 |
| R. de Enterobacterias UFC/g | 9,6x10 ³ | 2 x10 ³ | <10 | <10 |
| Det. <i>Salmonella/Shigella</i> | Ausente | Ausente | Ausente | Ausente |
| Coliformes totales NMP/g | 240 | 110 | 2,3 | <0,3 |
| Detección <i>E. coli</i> (en 25g) | Ausente | Ausente | Ausente | Ausente |
| Det <i>Staphylococcus a.</i> (5g) | Ausente | Ausente | Ausente | Ausente |
| R. <i>Streptococcus</i> g D NMP/g | 240 | 24 | <0,3 | 0,3 |
| R. de <i>Bacillus cereus</i> UFC/g | <10 | <10 | <10 | <10 |
| RClostridium sulfito r UFC/g | <10 | <10 | <10 | <10 |
| Recuento de Hongos UFC/g | 1,4x10 ⁴ | 15 | <10 | 10 |
| Recuento Levaduras UFC/g | 1,5x10 ² | <10 | <10 | <10 |

No se encontraron *Salmonella/Shigella*, *Escherichia coli*, *Clostridium perfringens* y *Bacillus cereus*.

Tabla 2. Análisis físicos-químicos en harina de yuca procedente de una industria nacional.

| DETERMINACIONES | Control | 3kGy | 5kGy | 7kGy |
|-----------------------------|---------|-------|-------|-------|
| Azúcares reductores (%) | Ausente | Ausen | Ausen | Ausen |
| Azúcares red. Totales (%) | 79,73 | 80,24 | 79,68 | 80,08 |
| Almidón (%) | 76,68 | 78,12 | 78,64 | 77,97 |
| Humedad (%) | 13,51 | 12,75 | 13,20 | 13,18 |
| Proteínas % (Nx6,25) | 1,21 | 1,23 | 1,21 | 1,22 |
| Grasas % | 0,32 | 0,30 | 0,36 | 0,28 |
| Cenizas (%) | 2,05 | 2,06 | 2,06 | 2,12 |
| Carbohidratos (%) | 81,10 | 81,79 | 81,35 | 81,32 |
| Acidez (como ac. Láctico %) | 0,50 | 0,46 | 0,48 | 0,50 |

En la tabla 2 podemos apreciar que a las dosis ensayadas no hay alteraciones en las características físico-químicas de la harina de yuca.

Tabla 3. Análisis microbiológico en harina de yuca de procedente de Satipo.

| DETERMINACIONES | Control | 8 kGy |
|--|---------------------|-------|
| Recuento total de Aerobios mesófilos (UFC/g) | 2,0x10 ⁷ | 180 |
| Recuento de Hongos (UFC/g) | 800 | <10 |
| Coliformes totales (NMP/g) | >2 400 | <3 |

En la tabla 3 notamos una mayor contaminación de coliformes totales, lo cual es un indicador de falta de higiene, pero con la dosis de 8 kGy obtenemos una descontaminación total de estos

microorganismos, logrando reducir además 5 ciclos logarítmicos en aerobios mesófilos y ausencia de hongos.

4. Conclusiones

- Dosis de 7 kGy reduce la población microbiana de aerobios mesófilos en harina de yuca en 4 ciclos logarítmicos de $2,5 \times 10^7$ a $1,2 \times 10^3$ UFC/g
- A dosis de 7 kGy no son alteradas las características físico-químicas de la harina de yuca.
- Dosis de 5 kGy en harina de yuca elimina Enterobacterias, *Streptococos* grupo D Lancefield hongos y levaduras.
- A dosis de 8 kGy se reduce los microorganismos aerobios mesófilos en 5 ciclos logarítmicos de $2,0 \times 10^7$ a 180 UFC/g y elimina los coliformes totales de $> 2\ 400$ a < 3 NMP/g.
- No se encontraron *Salmonella* /*Shíguella*, *Escherichia coli*, *Clostridium perfringes* y *Bacillus cereus*
- La dosis de 8 kGy mejora la calidad en harina de yuca.

5. Referencias

- [1]. CIAT. Harina de yuca para consumo humano en Colombia. [homepage en Internet]. 1994 [5 p.]. Disponible en : http://www.ciat.cgiar.org/agroempresas/pdf/caso_3.pdf
- [2]. Documento GCIIA N° 5 Código de las buenas prácticas de irradiación para el control de patógeno y otra microflora en especias, hierbas y otros sazoadores Vegetales. FAO/OIEA/OMS, Viena: Austria; 1991.

V. Aplicaciones en Medicina y Biología

Posiciones adicionales en la linfoscintigrafía para detectar ganglios centinela en pacientes con cáncer de cuello uterino

Idelso Carlos, Liz Bravo, Silvia Santana, Daniel Santos, Arlene García, Rosanna Morales*, Roque Cano

Centro de Medicina Nuclear IPEN-INEN, Av. Angamos Este 2520, Surquillo Lima, Perú

Resumen

El objetivo fue describir posiciones adicionales a la ántero-posterior en la técnica de detección del ganglio centinela en neoplasias precoces de cuello uterino. Material y Métodos: Se evaluó 45 pacientes, entre 24 y 63 años (media 40 años), con neoplasias del cuello uterino estadios IA2 y IB1, las que fueron sometidas a detección de ganglio centinela utilizando Dextran Tc 99m y colorante azul vital. Se adicionó la posición “en rana”, cambio de ventana y SPECT para una mejor visualización de los ganglios detectados. Resultados: De los 45 casos, 15 pacientes requirieron posiciones adicionales para mejor visualización, en nueve pacientes se utilizó la “posición en rana”, en cinco se cambió la ventana de colores y en una se realizó SPECT con cortes coronales. Se visualizó los ganglios centinelas entre 20 y 135 minutos después de la inyección. Conclusión: Las posiciones adicionales mejoraron la técnica de localización de ganglios centinela en neoplasias del cuello uterino utilizando Dextran Tc 99m.

PALABRAS CLAVE: Linfoscintigrafía, Ganglio centinela, Neoplasia precoz del cuello uterino, Posición “rana”, Dextran, Tc 99m.

Abstract

The objective was to describe additional positions to anteroposterior in the detection of the sentinel node in early uterine cervical cancer. Material and Methods: 45 patients, between 24 and 63 years (average 40 years) were evaluated, with cervical cancer stages IA2 and IB1, who had sentinel node detection using Dextran Tc 99m and patten blue dye. “Frog” position was added, as well as a change of window and SPECT for a better visualization of the detected nodes. Results: Of the 45 cases, 15 patients required additional positions for better visualization, in 9 patients “frog” position was performed. In five patients the window of colors was modified and in one case SPECT with coronal views was performed. Sentinel nodes were visualized between 20 and 135 minutes after injection. Conclusion: Additional positions improved the technique of location of sentinel nodes in early cervical cancer using Dextran Tc 99m.

KEY WORDS: Linfoscintigraphy, Sentinel node, Early cervical cancer, “Frog” position, Dextran, Tc 99m

1. Introducción

El Cáncer de Cuello Uterino (CACU) es la segunda neoplasia más frecuente en mujeres a nivel mundial. Es la causa más común de muerte entre mujeres de países en vías de desarrollo. En el Perú es el cáncer más frecuente en mujeres y una de las primeras causas de muerte por cáncer. Por ello es importante la detección temprana utilizando el tamizaje con la prueba de Papanicolaou, que permite la detección de estadios iniciales de CACU.

En los estadios iniciales del CACU IA2-IB1 se realiza la detección del ganglio centinela con la finalidad de realizar una cirugía más selectiva y menos invasiva. La detección de

ganglios centinela es menor en caso de tumores avanzados (IB2-IIA) que en los incipientes.

El ganglio centinela se define como el primer ganglio que recibe el drenaje linfático de una región anatómica determinada. La linfa recorre el sistema linfático de manera unidireccional, en un sistema de baja presión, y penetra en el ganglio a través de un vaso aferente pasando por la médula y los centros germinales antes de abandonarlo por los linfáticos eferentes. Las células neoplásicas, por su falta de adhesión, derivada de su

* Correspondencia autor: rmoalesgb@gmail.com

crecimiento desordenado, tienden a desprenderse en grupos que pasan al espacio intersticial y son asimiladas o invaden los troncos linfáticos y vasculares, alojándose en la parte central de los ganglios. Dentro del sistema linfático, las células inicialmente siguen una progresión más o menos ordenada, de forma que en los estadios iniciales de la enfermedad la incidencia de las llamadas metástasis “saltadoras” es inferior al 2%. El ganglio centinela, al ser el primero en recibir la linfa de un área concreta, sería el primer afectado en caso de metástasis linfáticas; así, su estudio histológico intraoperatorio puede establecer si existen metástasis y, en caso negativo, predice la ausencia de afectación tumoral de los ganglios no centinela, lo que permite evitar una linfadenectomía completa con el consiguiente beneficio en términos de menor morbilidad.

La detección intraoperatoria del ganglio centinela es una técnica multidisciplinaria que requiere la colaboración de médicos especialistas en Medicina Nuclear, cirujanos y patólogos.

El procedimiento de la linfogammagrafía consiste en inyectar un radiotrazador (Dextran-Tc99m) peritumoralmente a nivel del cuello uterino, luego se espera aproximadamente 30 minutos o más y se realiza la adquisición de imágenes en antero-posterior, en una gammacámara donde se visualiza el ganglio centinela.

La linfogammagrafía localiza los ganglios centinela y mediante una sonda detectora intraoperatoriamente se procede a la exéresis del ganglio centinela. En un 30-40% de los casos existen ganglios centinelas bilaterales.

La detección del ganglio centinela es una técnica de imagen no invasiva que permite detectar uno o varios GCs y es esencial para marcar su localización en la piel de la paciente, el cuál se realiza la tarde previa a la cirugía.

Las localizaciones más frecuentes de los ganglios centinelas son: íliaca externa (45-60%), cadena obturatriz (38-50%), interílicas o en íliaca común (4-8%), presacros (4%) e intraparametriales (4%). La mayoría de las series muestran que la tasa de detección se halla entre el 70% y el 100%, pero hay ganglios centinela que son difíciles de observarse en la posición convencional (AP), por lo que se adoptan posiciones

adicionales como la posición “rana”, cambio de ventana y SPECT coronal para una mejor visualización del ganglio centinela.

2. Materiales y Métodos

Se evaluó 45 pacientes con diagnóstico de cáncer de cuello uterino en estadios IA2 y IB1 en el Centro de Medicina Nuclear IPEN-INEN.

Las edades de las pacientes estuvieron entre 24 y 63 años (media 40 años). Todas ellas fueron sometidas a detección de ganglio centinela utilizando Dextran Tc99m y colorante azul vital. Aproximadamente después de 20 minutos o más, se adquirió las imágenes en ántero posterior en una cámara gamma GE y equipo SPECT Siemens, con imágenes planares. Se adicionó la posición “en rana”, cambio de ventana y SPECT para una mejor visualización de los ganglios que no fueron detectados con la posición habitual.

3. Resultados

De las 45 pacientes evaluados, 15 pacientes requirieron posiciones adicionales para mejor visualización de los ganglios, en nueve pacientes se utilizó la “posición en rana”, en cinco se cambió la ventana de colores y en una se realizó SPECT con cortes coronales. Se visualizó los ganglios centinelas entre 20 y 135 minutos después de la inyección. Ninguna paciente requirió re-inyección. Los ganglios centinelas fueron visualizados en 44 de 45 pacientes (Tabla 1).

Tabla 1: Posiciones en la linfoscintigrafía para detectar ganglios centinela en pacientes con cáncer de cuello uterino.

| <i>POSICIONES EN LA ADQUISICION DE LA IMAGEN</i> | <i>Número de Pacientes</i> |
|--|----------------------------|
| Posición en AP | 30 |
| Posición en Rana | 9 |
| Cambios de Ventana | 5 |
| Spect | 1 |
| TOTAL | 45 |

Las localizaciones más frecuentes del ganglio centinela fueron: interiliaca (21%) con 16 ganglios detectados, obturador (78%) con 59 ganglios detectados e Iliaca primitiva (1%) con un ganglio detectado, no se detectaron ganglios presacros o intraparametriales. Ninguna paciente requirió re-inyección. Los ganglios centinelas fueron visualizados en 44 de 45 pacientes. Las posiciones adicionales mejoraron la localización de los ganglios (Tabla 2).

Tabla 2: Localización de ganglios centinela en pacientes con cáncer de cuello uterino.

| LOCALIZACIÓN DE LOS GANGLIOS | Número |
|-------------------------------------|---------------|
| Interiliaca | 16 |
| Obturatriz | 59 |
| Iliaca común | 1 |
| Presacros | 0 |
| Intraparametriales | 0 |
| TOTAL DE GANGLIOS | 76 |

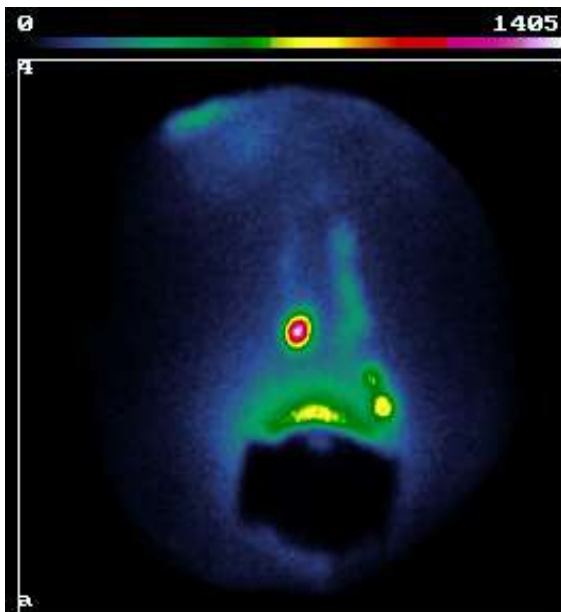


Figura 1: Adecuada visualización del GC en posición AP. Esto no fue lo frecuente en todas las pacientes.

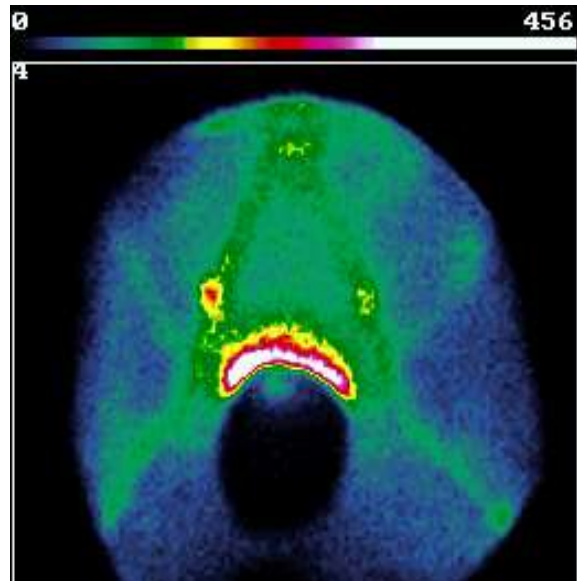


Figura 2: Detección del GC en la “Posición en Rana”.

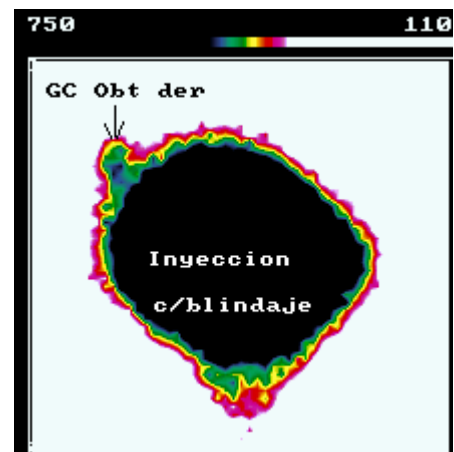


Figura 3: Cambio de ventana para ubicar una lesión muy cercana a la zona de inyección, en el Ganglio Obturador.



Figura 4: Cortes coronales en SPECT para disociar dos GC.

4. Conclusiones

Las posiciones en “rana”, cambios de ventana y uso de cortes coronales con SPECT permitieron una mejor técnica de localización de ganglios centinela en neoplasias del cuello uterino en estadios IA2-IB1, utilizando Dextran Tc 99m.

La localización más frecuente del ganglio centinela encontrada en el presente estudio fue en la región obturatriz.

5. Bibliografía

[1] Gil Moreno A, Diaz-Feijoo B, Roca I, Puig O, Perez-Benavente MA, Aguilar I, Martinez-Palones JM, Xercavins J. Total laparoscopic radical hysterectomy with intraoperative sentinel node identification in patients with early invasive cervical cancer. *Gynecol Oncol.* 2005; 96(1): 187-193.

[2] Silva LB, Silva-Filho AL, Traiman P, Triginelli SA, de Lima CF, Siqueira CF, Barroso A, Rossi TM, Pedrosa MS, Miranda D, Melo JR. Sentinel node detección in cervical cancer with (99m) Tc-phytate. *Gynecol Oncol.* 2005; 97(2): 588-595.

[3] Rob L, Strnad P, Robova H, Charvat M, Pluta M, Schlegerova D, Hrehorcak M. Study of lymphatic mapping and sentinel node identification in early stage cervical cancer. *Gynecol Oncol.* 2005; 98(2): 281-288.

[4] Di Stefano AB, Acquaviva G, Garozzo G, barbic M, Cvjeticanin B, Meglic L, Kobal B, Rakar S. Lymph node mapping and sentinel node detection in patients with cervical carcinoma: A 2-year experience. *Gynecol Oncol.* 2005; 99(3): 671-679.

[5] Barranger E, Coutant C, Cortez A, Uzan S, Darai E. Sentinel node biopsy is reliable in early-stage cervical cancer but not in locally advanced disease. *Ann Oncol.* 2005; 16: 1237-42.

Genomic DNA extraction from seed leaves of *Gossypium barbadense* L. for radioinduced mutations studies

Félix Alvarez^{1,2}, Omar Leyva², José Osoros^{1,*}

¹Laboratory of Molecular Radiobiology, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

²Facultad de Ciencias Naturales y Matemáticas. Universidad Federico Villarreal, Calle San Marcos s/n, Lima 21, Perú

Resumen

Se ha desarrollado un método rápido, simple y seguro para la extracción de ADN en mutantes radioinducidos de *Gossypium barbadense*. Este método se basa en el bromuro de cetiltrimetil amonio y extrae ADN de hojas primordiales procesadas en tubos de 1.5 mL con 0.7 mL de buffer de extracción; es altamente eficiente para tejidos de algodón y mucho más económico en términos de tiempo, uso de químicos y labores. El protocolo descrito presenta consistente rendimiento y buena calidad de ADN para varios análisis moleculares (AFLP, SSR, etc.).

Abstract

A fast, simple and reliable method for the extraction of DNA from *Gossypium barbadense* radioinduced mutants has been developed. This method is cetyltrimethylammonium bromide (cTAB) based, and it extracts DNA from seed leaves processed in a 1.5 mL tube with 0.7 mL of extraction buffer; is highly efficient to cotton tissue and much cheaper in terms of time, chemical use and labor input. The described protocol presents consistent yield and good quality of DNA for several molecular analyses (AFLP, SSR, etc.).

1. Introduction

Cotton (*Gossypium* sp) has large amounts of polysaccharides and polyphenols in its tissues; these compounds make it difficult extraction of genomic DNA obtaining a low yield and quality. When cells are disrupted during sample grinding, phenolic compounds interact with protein and nuclei acids, leading to their oxidation and degradation [1]. This irreversible binding between phenolics compounds with proteins and nucleic acids, produces a gelatinous material, which is hard to separate from organelles, and which contains DNA unsuitable for PCR or restriction enzyme digestion [2,3]. Several extraction methods have recently been developed for DNA extraction in cotton [4,5,6]. Previously reported protocols and commercial kits for cotton DNA extraction are expensive, time consuming, and require ultracentrifugation in CsCl [7].

At the moment, the more used method for cotton DNA extraction is based on the employment of CTAB [8]. However, this method has some variations of the original protocol (Krizman et al., 2006), for example, the addition of PVP-10 binds phenolic compounds [9], NaCl to remove

polysaccharides maintain free DNA solution [10], and 2-mercaptoethanol used as antioxidant [11,12]. On the other hand, the use of primordial leaves allows minimizing the quantity of polysaccharides and polyphenols facilitating the extraction of DNA.

Studies of genotype identification at molecular level in radio-induced mutants of cultivated plants require an optimal method of DNA extraction, thus, hundreds of individual plants need to be evaluated at the DNA level using molecular markers by a fast, simple, and especially reliable DNA extraction method. A rapid DNA extraction method should be not only fast and simple, but also should produce high quality and quantity DNA and use small amounts of tissue and extractions solutions.

This paper describes the method developed by the laboratory to carry out genomic DNA extraction from seed leaves for studies of molecular biology in radioinduced mutants of Peruvian cotton (*Gossypium barbadense* L.).

* Corresponding author: josoros@ipen.gob.pe

2. Material and Methods

2.1. Plant material

Cotton seeds were cultivated during 15 days under conditions of laboratory. Seed leaves were collected of the plants cultivated and heavy in analytical balance before the extraction of the DNA.

2.2. Reagents and chemicals

- Extraction buffer: 0.1M Tris-HCl (pH 8), 2.0 M NaCl, 0.02M EDTA (pH 8), 2 % (w/v) CTAB, 2% (w/v) PVP (PVP K10, MW 10.000), 1mM 1,10-fenantroline.
- TE buffer: 1M Tris-HCl (pH 8), 0.5M EDTA (pH 8).

2.3. Protocol

- Freeze 0.2 g of leaves in liquid nitrogen and grind the leaves to a fine powder in a pre-cooled mortar.
- Transfer 1/3 of powder to a 1.5 mL eppendorf tube (pre-cooled with liquid nitrogen).
- Add 0.7 mL Extraction Buffer, homogenize and pre-incubate at 65°C and add 0.05 mL 2-mercaptoethanol.
- Mixture and produce an emulsion by gently inverting the tube four times; incubate at 65° for 4 h inverting the tube every 10 m.
- Centrifuge at 12000 rpm for 1 min.
- Transfer the supernatant to a second 1.5 mL eppendorf tube and add 0.7 mL of CIA.
- Mix gently 100 times by inversion and centrifuge by 13000 rpm for 15 min.
- Transfer the supernatant to a new 1.5 mL eppendorf tube using a Pasteur micropipette and repeat the previous step. (Fig.1).



Figure 1: DNA extraction.

- Transfer the supernatant to a new 1.5 mL eppendorf tube and add 1.4 mL of cooled absolute ethanol until the nucleic acid precipitates (whitish fiber).
- Centrifuge at 12000 rpm for 10 min and discard the supernatant.

- Resuspend and wash the pellet in 1.4 mL of 70% ethanol, centrifuge by 6500 rpm for 5 min.
- Resuspend and wash the pellet in 1.4 mL of absolute ethanol, centrifuge by 6500 rpm for 5 min.
- Dry the nucleic acid for 1 day at room temperature until evaporation of alcohol.
- Suspend the pellet in 0.1 mL TE buffer.
- Add 0.02 mg RNase and incubate at 37°C for 1 h.
- Add 0.1 mL Buffer TE to suspend the DNA and incubate with 0.02 mg RNase at 37°C for 1 h.
- Extracted DNA can be stored to 4°C for later studies.
- The measurement of the DNA concentrations in the tubes was realized in the Nanodrop® Spectrophotometer calibrated with several concentrations of Hind III (Fig.2).

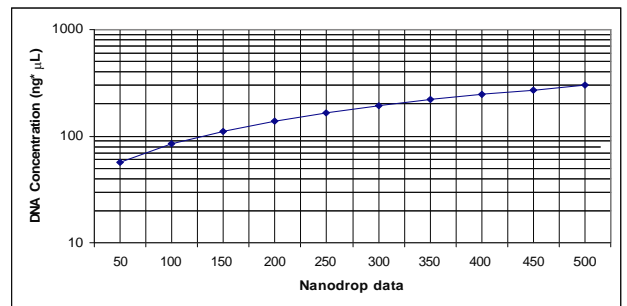


Figure 2: Calibration curve of Nanodrop®

3. Results and Discussion

3.1. DNA yield

Our method was based on the one of Zhang & Stewart [8], with some modifications. DNA from 17 *G. barbadense* seed leaves was extracted. After the cleaning procedure, the DNA concentration obtained from 180 to 270 mg of leaf tissue averaged 165 ng/μL in a total of 300 μL of DNA solution. The total DNA yield was 153 μg of DNA per g of leaf sample and was greater than that obtained from the CTAB macro method (10 μg of DNA per g of fresh leaf tissue) but smaller than the method of Zhang & Stewart (232 μg of DNA per g of fresh leaf tissue).

3.2. Statistical considerations

Table 1 show the total DNA yield expressed in ng per mL. In order to evaluate the normal distribution of the obtained results the test of Kolmogorov-Smirnov was realized using SPSS; the test demonstrated that the obtained results follow a normal distribution (Fig. 3).

One-Sample Kolmogorov-Smirnov Test

| | | TOT_DATA |
|----------------------------------|----------------|----------|
| N | | 46 |
| Normal Parameters ^{a,b} | Mean | 164.8785 |
| | Std. Deviation | 66.2582 |
| Most Extreme Differences | Absolute | .249 |
| | Positive | .249 |
| | Negative | -.143 |
| Kolmogorov-Smirnov Z | | 1.686 |
| Asymp. Sig. (2-tailed) | | .007 |

a. Test distribution is Normal.

b. Calculated from data.

Figure 3: Kolmogorov-Smirnov Test.

Table 1: DNA yield of Cotton seed leaves.

| Code | Average (ng* μ L ⁻¹) | Standard deviation | Variability (%) |
|--------|---|-----------------------|--------------------|
| BG 109 | 274.06 | 1.69 | 0.62% |
| BG 113 | 154.26 | 1.18 | 0.76% |
| BG 119 | 132.73 | 0.96 | 0.72% |
| BG 128 | 139.53 | 1.95 | 1.40% |
| BG 169 | 123.09 | 1.18 | 0.96% |
| BG 178 | 166.49 | 1.55 | 0.93% |
| BG 183 | 119.29 | 1.36 | 1.14% |
| BG 193 | 102.75 | 0.24 | 0.23% |
| BG 196 | 116.50 | 0.87 | 0.74% |
| BG 201 | 169.59 | 1.32 | 0.78% |
| BG 216 | 186.73 | 3.40 | 1.82% |
| BG 230 | 408.03 | 2.64 | 0.65% |
| BG 268 | 236.20 | 5.93 | 2.51% |
| BG 296 | 162.07 | 2.79 | 1.72% |
| BG 298 | 122.01 | 1.39 | 1.14% |
| BG 307 | 158.06 | 1.02 | 0.65% |
| BG 325 | 145.98 | 0.83 | 0.57% |
| BG 402 | 153.61 | 3.51 | 2.28% |
| BG 405 | 93.21 | 0.79 | 0.85% |
| BG 407 | 166.19 | 1.28 | 0.77% |
| BG 410 | 144.73 | 1.78 | 1.23% |
| BG 474 | 192.28 | 1.81 | 0.94% |
| BG 496 | 124.79 | 0.60 | 0.48% |

With respect to the method of Zhang & Stewart, where the degree of dispersion is great (Table 2), our method presents very small coefficients of variation (0.48% to 2.51%).

Table 2: Comparisons of DNA yield.

| Method | Average (ng* μ L ⁻¹) | Standard deviation | Variability (%) |
|-------------|---|-----------------------|--------------------|
| Macro-prep* | 126.6 | 124.1 | 79.3% |
| Micro-prep* | 200.6 | 117.9 | 62.5% |
| IPEN | 164.9 | 1.7 | 1.04% |

*Reference: Zhang & Stewart [8].

In order to study the repeatability degree, our method was applied by two independent analysts and the results were evaluated by means of the variance analysis (Table 3).

Table 3: Variance Analysis between analysts.

| | Sum of squares | d.f. | Mean Square | F | F _{crit.} |
|------------------|-------------------|------|----------------|--------|--------------------|
| Between Analysts | 9.0345 | 1 | 9.0345 | 0.0049 | 4.35 |
| Within Analysts | 36906.9 | 20 | 1845.35 | | |
| Total | 36915.9 | 21 | | | |

The result of the variance analysis indicates that the method provides similar results with different analysts.

4. Conclusion

The laboratory of molecular radiobiology has established a method of DNA extraction in cotton that is not affected by the presence of polysaccharides and polyphenols. This method will allow realizing the molecular genotype identification of radio-induced mutants produced by programs of genetic improvement of cotton.

5. Acknowledgements

The assistance of A. Olórtégui in data techniques and methods information is gratefully acknowledged. J. Agapito of the Laboratory of Genomic of Alpaca, is thanked for offer the Spectrophotometer for the quantification of the DNA.

6. References

- [1] Sana S, Cayanan F, Dohar D, Creech J. Effect of lyophilization of cotton tissue on quality of extractable DNA, RNA and protein. *Journal of Cotton Sci.* 1997; 1:10-14
- [2] Porebski SL, Baily G, Baum RB. Modification of CTAB DNA extraction protocol for plants containing high polysaccharide and polyphenol components. *Plant Mol Biol Repr.* 1997; 12:8-15.
- [3] Chaudhry B, Yasmeen A, Husnain T, Riazuddin S. Mini-scale genomic DNA extraction from cotton. *Plant Molecular Biology.* 1999; 17:1-7.
- [4] Community Reference Laboratory for GM Food and Feed. 2007. Report from the Validation of the "CTAB/Genomic-tip 20" method for DNA extraction from ground cotton seeds.
- [5] Paterson HA, Brubaker LC, Wendel FJ. A rapid method for extraction of cotton

- (*Gossypium* spp.) genomic DNA suitable for RFLP or PCR analysis. *Plant Mol Biol RPTR*. 1993; 11(2):122-127.
- [6] Wendell FJ. New world tetraploid cottons contain old world cytoplasm. *Proc Natl Acad Sci USA*. 1989; 86:4132-4136.
- [7] Permigeat H, Romagnoli M, Vallejos R. A simple method for isolating high yield and quality DNA from cotton (*Gossypium hirsutum* L.) leaves. *Plant Molecular Biology Reporter*. 1998; 16:1-6.
- [8] Zhang J, Stewart J. Economical and rapid method for extracting cotton genomic DNA. *Journal of Cotton Science*. 2000; 4:193-201.
- [9] Couch JA, Fritz PJ. Isolations of DNA from plants high in polyphenolics. *Plant Mol Biol Rep*. 1990; 8:8-12.
- [10] Webb DM, Knapp SJ. DNA extraction from a previously recalcitrant plant genus. *Plant Mol Biol Rep*. 1990; 8:180-185.
- [11] Gawel NJ, Jarret RL. A modified CTAB DNA extraction procedure for *Musa* and *Ipomea*. *Plant Mol Biol Rep*. 1990; 10:60-65.
- [12] Krizman M, Jakse J, Baricevic D, Javornik B, Prosek M. Robust CTAB-activated charcoal protocol for plant DNA extraction. *Acta Agricultura Slovenica*. 2006; 87(2):427-433.

Efecto de la radiación gamma en la actividad antimicrobiana y antioxidante de la sangre de grado

Kety León¹, Patricia Castillo², Julio Santiago^{1,3,*}

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

² Facultad de Farmacia y Bioquímica, Universidad Nacional San Luis Gonzaga, Av. Los Maestros S/N, Ica, Perú

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

Resumen

El tratamiento de hierbas medicinales y alimentos por radiación gamma, permite su descontaminación, pero también puede producir modificaciones químicas que se manifiestan en un cambio de sus propiedades biológicas. Se han irradiado muestras de sangre de grado (*Croton lechleri*) en polvo a dosis de 5, 8, 15, 25 y 40 kGy de radiación gamma. La propiedad antioxidante de estas muestras, determinadas mediante el método de neutralización de radicales del DPPH, disminuye con el incremento de la dosis de irradiación. En contraste, las propiedades antimicrobianas de películas de quitosano-PVA embebidas con las soluciones hidroalcohólicas de las muestras irradiadas frente a cepas de *S. aureus*, *E. coli* y *P. aeruginosa* no se modificaron en comparación con las películas conteniendo sangre de grado sin irradiar. Las películas estudiadas presentaron actividad sólo frente a *S. aureus*. El estudio por espectroscopía UV-visible e infrarrojo no reveló cambios notorios en sus espectros, lo que sugiere que no hubo mayores modificaciones en la constitución del látex en polvo después de la irradiación.

Abstract

The application of gamma radiation in medicinal plants and foods allows its decontamination, but also it can produce chemical modifications that are manifest in a change in their biological properties. Sangre de grado (*Croton lechleri*) has been irradiated as powder at different gamma rays doses (5, 8, 15, 25 y 40 kGy). The antioxidant properties of these samples, measured by the DPPH method, decrease with the gamma radiation doses. Furthermore, the antimicrobial activity against *S. aureus*, *E. coli* y *P. aeruginosa* of the chitosan-PVA film containing the irradiated sangre de grado samples were not modified in comparison with the similar material with not irradiated sangre de grado. The studied films exhibit activity only against *S. aureus*. However changes in the UV-visible and FT-IR spectra were not observed, indicating gamma radiation did not provoke chemical changes in the components of the sangre de grado.

1. Introducción

La contaminación microbiológica de plantas medicinales es un serio problema que influye en las formulaciones farmacéuticas a partir de los extractos que contienen los principios activos. La calidad microbiológica y fisico-química de las plantas medicinales depende de diferentes factores: lugar de cultivo, técnica de cosecha, transporte, formas de embalaje, almacenamiento, etc. [1]. Si a esto le adicionamos la contaminación química y microbiológica ocurrida durante las etapas de producción, procesamiento y almacenamiento de los productos finales, podemos prever que estos productos contienen una carga microbiana no despreciable [2]. Algunos de

estos microorganismos presentan un grave riesgo para la salud humana, especialmente si se encuentran en productos que se consumen sin ningún tratamiento térmico [3].

La inclusión de procesos de descontaminación es por lo tanto un paso importante hacia la seguridad del consumidor y la eficacia terapéutica de las plantas medicinales. La descontaminación puede lograrse por métodos convencionales: tratamiento térmico y fumigación con gases como el óxido de etileno o bromuro de metilo (cuyo uso ya ha sido prohibido por razones de salud, seguridad y por contribuir al

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

deterioro de la capa de ozono) [4]. El tratamiento con radiaciones ionizantes es un método de descontaminación de alimentos que ha sido poco aplicado en plantas medicinales. La aplicación de la radiación gamma produce una rápida reducción de los niveles de contaminación microbiana: una dosis de 3-10 kGy reduce la población de aerobios mesófilos totales de especerías y hierbas secas altamente contaminadas a niveles por debajo de 10^3 - 10^4 CFU/g [2,5,6], pero también puede producir modificaciones químicas que alteren sus características físico-químicas [7,8]. Por dicha razón, muchos países han regulado la dosis máxima que pueden recibir estos productos. En el Perú también se ha estudiado la dosis adecuada de radiación gamma para diversas especies, tales como uña de gato, yacón, hojas de sen, chanca piedra, maca y sangre de grado, para su descontaminación [9].

La sangre de grado (*Croton lechleri*) es muy utilizada en la medicina tradicional en el Perú en el tratamiento de úlceras estomacales, gastritis crónicas y como cicatrizante de heridas internas y externas. La sangre de grado presenta actividad antimicrobiana frente a gram-positivos, *S. aureus* ATCC 6538 y *S. epidermidis* ATCC 12228 y a gram-negativos, *Pseudomonas* y *Klebsiela* FDA 602 [10]. Igualmente, se ha encontrado que la sangre de grado inhibe el crecimiento de *Helicobacter pylori* en concentraciones elevadas [11]. Por estas características, el látex de sangre de grado ha sido incluido como aditivo en la formulación de películas para el tratamiento de lesiones a la piel de difícil cicatrización, úlceras o quemaduras graves [12].

A pesar de poseer las propiedades mencionadas arriba, el látex también contiene una carga microbiana no despreciable que es necesario eliminar previamente. Estudios recientes, de descontaminación del látex de sangre de grado por radiación gamma, muestran que se requiere una dosis de 5kGy para disminuirla población de microorganismos aerobios mesófilos (UFC/g) de $6,0 \times 10^4$ a $3,5 \times 10^2$, y de 8kGy para disminuir dicha población por debajo de 20 UFC/g [9]. Sin embargo, la radiación gamma no solamente produce la disminución de microorganismos, sino que también puede producir cambios químicos en los constituyentes de las plantas, modificando ciertas propiedades biológicas. Por ejemplo, se ha reportado recientemente que la

radiación gamma provoca un incremento del aroma de los granos de café, mediante el rompimiento de los enlaces glicosídicos que unen a los polifenoles [13]. También se ha reportado que el potencial antioxidante de los granos de soya se incrementa después de la irradiación con rayos gamma [14]. Igualmente, la radiación con electrones también produce un efecto positivo en limones procedentes de Corea, *Citrus unshiu* [15].

En este trabajo se ha irradiado muestras la sangre de grado en polvo con rayos gamma a diferentes dosis para evaluar la variación de la propiedad antioxidante en función de la dosis aplicada. Igualmente, se ha introducido en películas de quitosano-PVA un extracto hidroalcohólico de sangre de grado irradiada y se ha evaluado las propiedades antimicrobianas de las películas obtenidas.

2. Experimental

Materiales

El quitosano proviene de Fluka (viscosidad >400mPa.s, 1% en ácido acético al 1%), el 1,1-difenil-2-picrilhidracil (DPPH) proviene de Sigma, mientras que el ácido acético glacial, agar EMB, agar *Pseudomonas* P, agar Baird Parker, agar Casoy, caldo Casoy y agar Muller Hinton, provienen de Merck. Las cepas bacterianas *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Escherichia coli* ATCC 25922 y *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 fueron adquiridas en el Instituto Nacional de Salud (Lima, Perú).

El látex de sangre de grado (*Croton lechleri*) fue obtenido en Oxapamapa, Cerro de Pasco, Perú. Se utilizó etanol de 70° en la preparación de las soluciones hidroalcohólicas (agua/etanol 9:1) de sangre de grado.

La irradiación gamma de las muestras se realizó en un Gammacell 220 Excel (MSD Nordion) con una actividad de 14kGy/h (01-10-2007). Los espectros UV-visible fueron obtenidos con un espectrofotómetro Biochrom, modelo Libra 22S, 99342. Los espectros IR fueron obtenidos en el laboratorio USAQ (UNMSM) en un equipo Nicolet Impact410.

Irradiación de sangre de grado en polvo

El látex colectado fue evaporado a sequedad a 40°C. Las muestras en polvo fueron empacadas en bolsas de polietileno de baja densidad y tratadas con radiación gamma a las dosis de 5, 8, 15, 25 y 40 kGy.

Evaluación de la actividad antioxidante de la sangre de grado irradiada

La actividad antioxidante se evaluó mediante el método de neutralización del radical libre DPPH. En este método se determina la capacidad de secuestro o de neutralización, por parte de los componentes de una muestra, del radical libre del DPPH. Se disolvió 1 mg de muestra en 10 mL de etanol al 96%. A partir de esta solución se prepararon diluciones de 10 y 50 $\mu\text{g/mL}$. Cada una de estas diluciones fueron tratadas con la solución de DPPH de la siguiente manera: en un tubo de ensayo se colocó 1,8 mL de muestra y 0,7 mL de la solución de DPPH 0,3 mM en etanol al 96%. Se dejó en reposo a temperatura ambiente durante 30 minutos. Se midió la absorbancia a 517 nm. Estas determinaciones se realizaron por triplicado. El tubo control consistió en una solución de DPPH en etanol.

La evaluación de la actividad antioxidante se expresa como porcentaje y se determina de acuerdo con la siguiente fórmula, utilizando rutina como patrón de comparación [16,17].

$$AA\% = 100 - 100 [(A_m - A_b)/A_{\text{control}}]$$

Donde:

AA% = % de actividad antioxidante

A_m = Absorbancia de la muestra

A_b = Absorbancia del blanco (solución etanólica de la muestra)

A_{control} = Absorbancia de la solución de DPPH

Preparación de los hidrogeles conteniendo sangre de grado irradiada

Se prepararon soluciones hidroalcohólicas de sangre de grado irradiadas a todas las dosis con una concentración de 0,1g/10mL. Los hidrogeles [18] de 3x3 cm fueron embebidos en estas soluciones durante 20 minutos y se secaron durante 4 días a temperatura ambiente. Luego, se cortaron discos de 10mm para ser utilizados en la prueba de evaluación de la actividad antimicrobiana.

Evaluación de la actividad antimicrobiana de hidrogeles embebidos

El método utilizado para las pruebas en películas fue de difusión en agar de Kirby-Bauer siguiendo las recomendaciones del Comité Nacional de Control de Normas de Laboratorio Clínico (NCCLS) [19]. El método se fundamenta en la inhibición del crecimiento bacteriano mediante la difusión

del principio activo en un medio de cultivo sólido, que se evidencia con la formación de zonas claras o halos de inhibición.

Se incubaron las placas con agar Muller Hinton a 37°C por 24 h antes de su uso. El inóculo (preparado a una turbidez equivalente a 0,5 de la escala de Mac Farland) fue aplicado sobre la placa con la ayuda de una torunda estéril, cubriendo totalmente la superficie de la placa sin dejar una zona libre. Se dejó secar de 3 a 5 minutos antes de depositar las películas embebidas cortadas en discos de 10 mm de diámetro. Se colocaron los discos sobre el medio sembrado y se añadió por encima de las películas gotitas de agua estéril, para evitar que se arruguen, se incubaron a 37°C por 24 horas.

3. Resultados y Discusión

Caracterización de la sangre de grado irradiada

La sangre de grado en polvo presentó una coloración marrón que se mantuvo después del tratamiento con rayos gamma, incluso a 40 kGy.

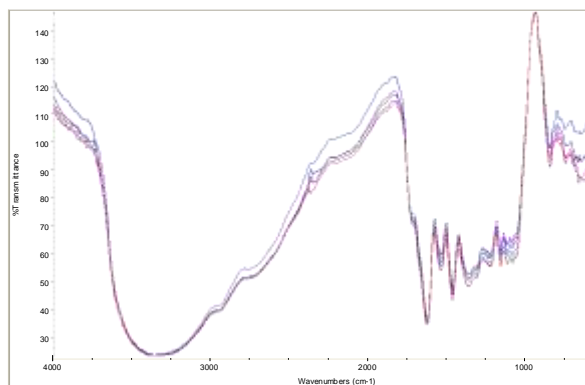


Figura 1: Espectros IR de las muestras de sangre de grado sin irradiar e irradiadas a 5, 8, 15, 25 y 40kGy.

Los espectros IR de todas las muestras de sangre de grado irradiadas y sin irradiar muestran los mismos picos (Figura 1). No se observó ningún cambio significativo, lo que sugiere que la radiación gamma no ha provocado cambios importantes en la estructura de los constituyentes de la sangre de grado cuando se le irradia al estado sólido. Estos espectros se caracterizan por la presencia de una banda intensa y ancha con una transmitancia máxima a 3330cm^{-1} que puede deberse a la presencia de grupos OH, evidenciando la presencia de polifenoles. La asimetría de esta banda sugiere que está mezclada con señales provenientes de grupos carboxílicos. Otros picos importantes se

observan a 1610 (grupos carbonilo), 1528, 1446, 1349, 1205, 820 y 532 cm^{-1} .

La solubilidad de la sangre de grado en polvo tampoco se modificó con la radiación gamma. Las soluciones hidroalcohólicas presentaron la misma coloración, marrón rojiza. Los espectros UV-visible de estas soluciones presentaron poca diferencia. En todos los casos, en el rango UV se observa una banda muy intensa a 229 nm junto con bandas más débiles a 332 y 347 nm. En el rango visible (Figura 2) se observa una banda ancha a 455 nm con un hombro a 600 nm. La intensidad de la banda a 455 nm se incrementa con la dosis de irradiación.

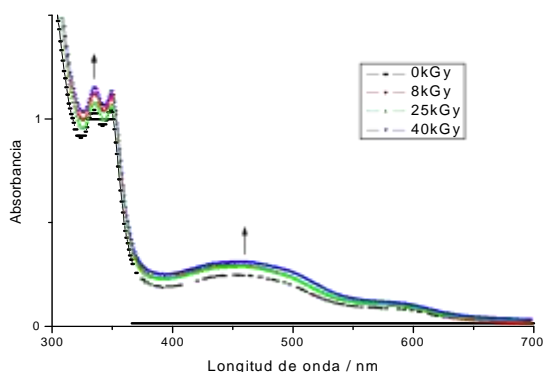


Figura 2: Espectro UV-visible de las soluciones hidroalcohólicas de sangre de grado irradiadas a 0, 8, 25 y 40 kGy.

Actividad antioxidante

La interacción entre las soluciones de la muestra de sangre de grado, con y sin radiación gamma y el radical libre DPPH provoca un cambio del color violeta a amarillo a medida que disminuye la concentración del radical libre. Este cambio de coloración se cuantifica con la ayuda del espectrofotómetro a 517 nm después de veinte a treinta minutos de reacción [20,21].

La actividad antioxidante de la muestra de sangre de grado irradiada a 5 kGy y la no irradiada presentan prácticamente el mismo valor. En cambio los valores para las muestras irradiadas a 8, 15, 25 y 40 kGy disminuyen rápidamente (Figura 3). Teniendo en cuenta que la actividad antioxidante de la sangre de grado está principalmente relacionada con su contenido en polifenoles, podemos pensar que la concentración de estas moléculas disminuye con la radiación gamma. Sin embargo, en el espectro IR la señal de los grupos $-\text{OH}$ son enmascaradas por la intensa señal de los grupos carboxílicos también presentes.

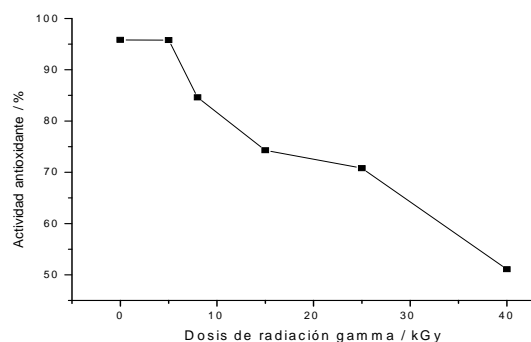


Figura 3: Disminución de la actividad antioxidante de la sangre de grado (a 10 $\mu\text{g/mL}$) en función de la dosis de radiación gamma recibida.

Actividad antimicrobiana

gamma son películas transparentes, flexibles y con una ligera coloración amarillenta. Esta

embeber la solución hidroalcohólica de sangre de grado.

La evaluación de la actividad antimicrobiana de las películas embebidas en solución hidroalcohólica de la sangre de grado irradiada nos muestra que esta actividad se mantiene frente a *S. aureus* inclusive a la dosis de 40 kGy (Figura 4). Este hecho sugiere que el componente o componentes responsables de la actividad antimicrobiana no han sido afectados por la radiación gamma. La diferencia de actividad antimicrobiana de las películas con sangre de grado sin irradiar y la irradiada a 40 kGy es mínima. No se observa actividad antimicrobiana frente a las otras cepas probadas.

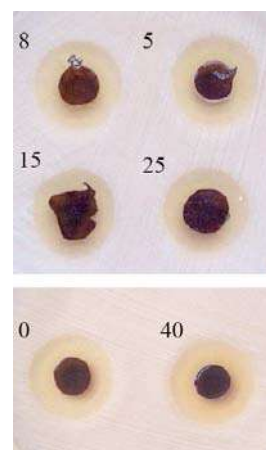


Figura 4: Pruebas de actividad antimicrobiana con los hidrogeles embebidos en solución hidroalcohólica de sangre de grado irradiada a las dosis de 0, 5, 8, 15, 25 y 40 kGy, frente a *S. aureus*.

4. Conclusiones

Este estudio demuestra que la radiación gamma no produce, en base a los datos obtenidos por espectroscopía UV-visible o infrarroja, cambios significativos en los constituyentes de la sangre de grado en polvo. Incluso, la actividad antimicrobiana no es afectada a pesar que la muestra fue irradiada a 40kGy. Sin embargo, la actividad antioxidante se mantiene casi constante hasta una dosis de 5kGy (dosis de irradiación para lograr una descontaminación importante de plantas medicinales), pero luego disminuye rápidamente a medida que se incrementa la dosis de irradiación.

5. Agradecimientos

Al Ing. Juan Ruiz de la Universidad Nacional de la Amazonía Peruana, por la extracción, caracterización y donación del látex de sangre de grado utilizado en este estudio. Igualmente, al Third World Academy of Science (TWAS) por el financiamiento parcial de este trabajo que cubre un aspecto del proyecto de investigación: “*Leishmanicidal effects of Croton lechleri extract desorbed from a biopolymer*”.

6. Bibliografía

- [1] World Health Organization. Guidelines on good agricultural and collection Practices (GACP) for medicinal plants. Geneva; 2003.
- [2] Farkas J. Irradiation of dry food ingredients. Florida: CRC Press; 1988.
- [3] Bandekar J, Kamat A, Thomas P. Microbiological quality of the dairy product pedha and its improvement using gamma radiation. J. Food Safety. 1998; 18:221-230.
- [4] López-Medina J, López-Aranda J, *et al.* Strawberry production from transplants fumigated with methyl bromide alternatives. Span. J. Agric. Res. 2007; 5:407-416.
- [5] Ingram M, Farkas J. Microbiology of foods pasteurized by ionising radiation. Acta Aliment. 1977; 96:123.
- [6] Hanis T, Mnukova J, *et al.* Effect of gamma irradiation on survival of natural microflora and some nutrients in cereal meals. Cereal Chem. 1998; 65:381-383.
- [7] Chung B, Lee Y, *et al.* Effects of low-dose gamma-irradiation on production of shikonin derivatives in callus cultures of *Lithospermum erythrorhizon* S. Radiat. Phys. Chem. 2006; 75:1018-1023.
- [8] Byun M, Jo C, Jeon T, Hong C. Effects of gamma irradiation on color characteristics and biological activities of extracts of *Lonicera japonica* (Japanese honeysuckle) with methanol and acetone. Lebens. Wiss. Technol. 2004; 37:29-33.
- [9] Vargas J, Vivanco M, *et al.* Aplicaciones de la tecnología de irradiación en plantas medicinales en el Perú. En: Instituto peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2005. Lima: Perú; 2006. 137-140.
- [10] Zapata R. Actividad antimicrobiana *in vitro* de la droga comercializada como Sangre de Grado. [tesis para optar el Título de Químico Farmacéutico]. Lima: UNMSM; 1987.
- [11] Tamariz J, Capcha R, *et al.* Actividad antibacteriana de la Sangre de Grado (*Croton lechleri*) frente al *Helicobacter pylori*. Rev. Med. Hered. 2003; 4(2):81-88.
- [12] León K, Santiago J. Propiedades antimicrobianas de películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas en extracto de sangre de grado. Rev. Soc. Quím. Perú. 2007; 73:158-165.
- [13] Variyar P, Ahmad R, *et al.* Flavoring components of raw onsooned Arabica coffee and their changes during radiation processing. J. Agric. Food Chem. 2003; 51:7945-7950.
- [14] Variyar P, Limaye A, Sharma A. Radiation-induced enhancement of antioxidant contents of soybean (*Glycine max* Merrill). J. Agric. Food Chem. 2004; 52: 3385-88.
- [15] Jong-Wan K, Byung Cheol L, *et al.* Effect of electron-beam irradiation on the antioxidant activity of extracts from Citrus unshiu pomaces. Radiation Physics and Chemistry. 2008; 77:87-91.
- [16] Castillo P, Lock O. Compuestos con actividad antioxidante en la especie *Lepechinia meyenii* (Walp). Rev. Soc. Quím Perú. 2005; 71:227-236.
- [17] Mensor L, Menezes F, *et al.* Screening of Brazilian plants extracts for antioxidant activity by the use of DPPH free radical method. Phytotherapy Res. 2001; 15:127-130.
- [18] Performance standards of antimicrobial susceptibility testing. 2002; Document N° NCCLS M100-S12, 1975.
- [19] Yen G, Chang Y, Sep F, Chiang H. Isolation and characterization of antioxidant compounds from *Aspergillus candidus* broth filtrate. J. Agric. Food Chem. 2001; 49:1426-1431.
- [20] Pérez R, Vargas R, Martínez F, García E, Hernández B. Actividad antioxidante de los alcaloides de Bocona arborea. Estudio sobre seis métodos de análisis. Ars Pharmaceutica. 2003; 44:5-21.

Descripción de la estructura cromosómica de los camélidos sudamericanos

Marco Espinoza^{1,*}, Nilda Oliveros², Nino Arias³

¹ IPEN, Laboratorio de Citogenética y Radiobiología, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Ciencias Biológicas, Lima, Perú

³ Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Medicina Veterinaria, Lima, Perú

Resumen

Se presenta el resultado de los análisis citogenéticos en 15 alpacas (*Lama pacos*), 7 llamas (*Lama glama*), 6 vicuñas (*Vicugna vicugna*) y 12 guanacos (*Lama guanicoe cacsilensis*). Para este estudio se tomó muestras de sangre entre 2 y 5 mL en cada espécimen, en condiciones estériles y luego se prepararon cultivos de linfocitos de acuerdo con el protocolo estandarizado para nuestro laboratorio. Los resultados obtenidos mediante el análisis al microscopio de un número significativo de metafases por cada especie comprueban que en las cuatro especies el número cromosómico diploide es $2n = 74$. Los cromosomas de estas especies se pueden ordenar dentro de 4 grupos: 10 pares de subtelocéntricos (cromosomas del 1al 10), 10 pares de telocéntricos (cromosomas del 11 al 20), 9 pares de submetacéntricos (cromosomas del 21 al 29) más el cromosoma Y y 7 pares de metacéntricos más el cromosoma X (cromosomas del 30 al 36).

Abstract

Results of cytogenetic análisis in 15 alpacas (*Lama pacos*), 7 llamas (*Lama glama*), 6 vicuñas (*Vicugna vicugna*) and 12 guanacos (*Lama guanicoe cacsilensis*) are presented. Blood samples in the range of 2 – 5 mL for each specimen were collected for this study in sterile conditions. Lymphocyte cultures were set up according with the protocol routinely used in our laboratory. Results obtained by microscope analysis of a significant number of metaphases in each case show that the four species studied has a diploid number $2n = 74$. All the chromosomes of these species can be classified into four groups: 10 pairs of subtelocentrics (chromosomes 1 to 10), 10 pairs of telocentrics (chromosomes 11 to 20), 9 pairs of submetacentrics (chromosomes 21 to 29) plus chromosome Y and 7 pairs of metacentrics (chromosomes 30 to 36) plus chromosome X.

1. Introducción

Los Camélidos Sudamericanos (CSA) cumplen, un papel importante en la economía de un vasto sector de la población que habita la zona altoandina del Perú, Bolivia, Chile y Argentina. El estudio de su biología y el desarrollo de su crianza, han dependido exclusivamente del esfuerzo de un pequeño grupo de investigadores del área en estos países. Así mismo, el hecho de su relativo aislamiento y su poca dispersión hacia otras zonas del mundo, ha mantenido a estos animales fuera de los alcances de un escrutinio e interés científico internacional por muchas décadas; aunque hoy en día, el mundo no andino también va mostrando un creciente interés por hacer de este recurso una poderosa fuente de ingresos.

La falta de conocimiento de estos animales, ha devenido en los pobres resultados tecnológicos y económicos logrados, y por ello no han podido demostrar su gran potencial como fuente de sustento de grandes

masas de población, quedando relegada su utilidad al poblador de los Andes, hecho que además los ha situado muy por debajo del estatus global al cual han llegado otros rumiantes, como los bovinos, ovinos y aún los caprinos. Se debe también tener en cuenta, que la crianza animal no sólo debe ser económicamente rentable, sino, ecológicamente viable, por lo que los CSA encuadran perfectamente en lo que se ha llamado «súper especies», con cualidades ecológicas y económicas.

Existen actualmente cuatro especies de CSA, dos de las cuales son silvestres: el guanaco (*Lama guanicoe*) y la vicuña (*Vicugna vicugna*), y dos son domésticas: la alpaca (*Lama pacos*) y la llama (*Lama glama*). Desde el punto de vista pecuario el mayor interés está en los domésticos alpaca y llama, ya que las especies silvestres vicuña y guanaco se encuentran protegidas (por su situación vulnerable), no existiendo actualmente la posibilidad de una explotación

* Correspondencia autor: mespinoza@ipen.gob.pe

privada de este recurso, hecho que no implica que el estado no pueda avizorar posibilidades de explotación futura a mediano o largo plazo.

La motivación para este trabajo fue el hallazgo casual de la escasez de estudios citogenéticos sobre estas especies a pesar que son relativamente fáciles de obtener y muestrear. Tras casi dos años de trabajo intenso hemos comprendido que es difícil obtener metafases que nos permitan discernir los numerosos cromosomas pequeños del cariotipo de estas especies. Creemos que si bien hemos logrado corroborar que las cuatro especies tienen $2n = 74$, aún nos falta obtener mucha información sobre sus cariotipos.

Indudablemente, uno de los factores que dificulta la obtención de metafases adecuadas para un estudio cromosómico descriptivo es el alto número cromosómico en estas especies y el pequeño tamaño que tienen 12 de los 37 pares de cromosomas [1]. Al principio tuvimos algunos problemas para cultivar las células de estos camélidos en los medios que usábamos para la citogenética humana; sin embargo, pronto fue resuelto y pasamos a la dificultad de obtener metafases lo suficientemente claras como para llegar a conclusiones exactas.

Consultando la escasa literatura existente, se habla de una similitud muy grande en la morfología de los cromosomas de las 4 especies de camélidos sudamericanos [2]. Hay incluso quienes opinan que estas 4 formas de camélidos serían en realidad una sola especie [3]. Refuerza esta creencia, además del número y morfología cromosómica, el hecho que estas especies se entrecruzan con mucha facilidad, dando lugar a híbridos que son individuos fértiles. Justamente esta situación es la que estaría llevando a la degeneración genética de las alpacas, llamas y guanacos y en menor medida a las vicuñas. En nuestra opinión se trata de cuatro especies fenotípicamente bien diferenciadas que en condiciones naturales no se cruzan y que tienen tantas características tanto físicas como etológicas que nos hace suponer la existencia de diferencias no sólo en sus configuraciones genéticas sino también en su estructura cromosómica.

2. Materiales y Métodos

2.1 Animales muestreados

Se trabajó con animales de diversa procedencia. Con relación a las alpacas, tres de ellas fueron muestreadas en Lima (APR1, APR2 y ALM1) y las otras 12 fueron muestreadas en un rebaño en Lurín. Con respecto a las llamas, una fue muestreada en el Parque Reducto N° 2 de Miraflores, Lima (LLPR1) y las otras 5 fueron obtenidas en Junín. Con relación a las muestras de vicuñas, dos de ellas (VL1-1 y VL1-2) fueron obtenidas en Junín y las otras 4 se obtuvieron de Huancavelica. Gracias a una autorización de la Comisión Nacional de Camélidos Sudamericanos (CONACS) se pudo muestrear a 12 ejemplares de guanaco que fueron trasladados desde Pampa Galeras hasta Calipuy en La Libertad en mayo del 2005.

2.2 Cultivo de Células

Las muestras fueron tomadas, en todos los casos, por un veterinario, usando el sistema Vacutainer donde la sangre es recibida directamente desde un vaso sanguíneo del cuello del animal hacia un tubo de vidrio sellado al vacío y estéril, conteniendo heparina con litio. Después de la toma de muestra la sangre se homogenizó suavemente dentro del tubo con la heparina y se transportó al laboratorio donde en algunos casos las muestras quedaron en refrigeración hasta dos días antes de su procesamiento.

El cultivo de linfocitos se hizo de acuerdo con el protocolo estándar en nuestro laboratorio que es una adaptación del cultivo de linfocitos de humanos para los linfocitos de camélidos sudamericano [4]. Brevemente podemos decir que en cada tubo de cultivo (de polipropileno con tapa rosca) se coloca 4 o 5 mL de medio RPMI-1640 suplementado con glutamina, 0.30 μ L de una solución stock de antibióticos (1 000 000 UI de benzilpenicilina y 100 μ L de sulfato de estreptomicina por mL), 1.5 a 2 mL de suero bovino fetal, entre 200 y 400 μ L de fitohemaglutinina a la concentración de 0.5 mg / mL y finalmente 800 μ L de sangre total (para este paso hay que agitar muy suavemente la sangre dentro del tubo de vidrio y destaparlo con mucho cuidado. Se debe trabajar en todo momento en condiciones de total asepsia y usando guantes quirúrgicos para no contaminar el material que se está sembrando. Los tubos de cultivo así preparados se colocan en una incubadora a 37°C por 48 horas en total oscuridad.

A raíz de los buenos resultados obtenidos con una muestra de sangre de llama (*L. glama*) de 1.3 mL que fue cultivada con un reducido volumen de medio de cultivo y de las demás sustancias, se diseñó un protocolo de minicultivo de linfocitos que ya lo hemos probado con buenos resultados en humanos y que se detalla a continuación:

2.3 Protocolo de minicultivo de linfocitos para estudios cromosómicos

2.3.1. Muestra: Esta variación de la técnica de cultivo de linfocitos se usa cuando el volumen de la muestra está en el rango de 0.5 a 2.0 ml.

2.3.2. Siembra: En primer lugar debemos estimar con exactitud el volumen de sangre que tenemos; luego, por cada 0.5 ml de sangre medir 0.1 ml de fitohemaglutinina (SIGMA) en solución 1mg / ml y mezclar con la sangre directamente en el tubo donde vino la muestra. Dejar en reposo a 37°C por 20 minutos. Enseguida, dar inicio al proceso de siembra con las siguientes modificaciones para cada tubo de cultivo:

- Medio de cultivo RPMI-1640 (SIGMA-ALDRICH), 1.3 ml.
- 0.01 ml de la solución de antibióticos del protocolo normal.
- No añadir Bromodesoxiuridina para minimizar la pérdida de células por toxicidad teniendo en cuenta que se tiene muy poco volumen de sangre.
- Suero Bovino Fetal (SIGMA-ALDRICH): 0.30 ml por cada cultivo.
- Homogenizando muy suavemente, colocar para cada cultivo, 0.3 ml de la sangre previamente mezclada con la fitohemaglutinina.

Luego, cerrar los tubos y agitar muy suavemente para mezclar bien la sangre con el medio de cultivo y no dañar a las células que acaban de ser puestas en él. Todo este procedimiento se hace dentro de una cámara de flujo laminar horizontal. Los tubos de cultivo se deben tapar bien para evitar la contaminación.

2.3.3. Incubación: Colocar en una incubadora a 37 °C por 46 horas en completa oscuridad.

2.3.4. Adición de colchicina: Se añade 0.08 ml de la solución de colchicina (SIGMA-ALDRICH) según el protocolo normal.

2.3.5. Tratamiento Hipotónico: Al cabo de 48 horas de incubación, centrifugar por 10 minutos a 900 rpm. Al término de lo cual, utilizando una pipeta Pasteur, se retira todo el líquido sobrenadante de los tubos y se les añade, suavemente, 1 ml de una solución de KCL 0.075 M a 37° C en agua destilada estéril. Se tapan los tubos y se homogenizan cuidadosamente con un vortex mixer, poniéndolos a incubar por otros 15 minutos a 37°C.

2.3.6. Fijación: Centrifugar por 10 minutos a 900 rpm. Luego, retirar el líquido sobrenadante con pipeta Pasteur y al *pellet* de células se le añade con mucho cuidado, gota a gota y usando el vortex mixer, 1.5 ml del fijador Carnoy. Con una pipeta Pasteur se hace una suave homogenización y se deja en reposo por un mínimo de 15 minutos repitiéndose el proceso otras dos veces como en el protocolo normal.

La segunda fijación se hace con un volumen de 0.5 ml de fijador y para la tercera fijación se emplea 0.3 ml de Carnoy. Al último *pellet* se le añade entre 3 y 8 gotas de fijador con una pipeta Pasteur, dependiendo de cuánto material podemos estimar que hay en el fondo del tubo después de la última centrifugación.

2.3.7. Extensión de las muestras en los portaobjetos: con una pipeta Pasteur se toma suavemente el último preparado y con la mayor precisión se deja caer una o dos gotas sobre cada portaobjetos.

2.3.8. Coloración convencional: De acuerdo con el protocolo normal.

2.3.9. Análisis: De acuerdo con el protocolo normal.

2.4 Preparación citológica

Al cumplirse 46 horas (en caso de cultivos de 48 horas) o 70 horas de cultivo (en el caso de cultivos de 72 horas) se añadió a cada tubo entre 500 µL y 1000 µL de una solución de colchicina a la concentración de 4 µL por el tiempo restante de cultivo (2 horas). Una vez cumplido el tiempo de cultivo se procedió a centrifugar los tubos a 1000 rpm por 10 minutos. Se retiró el sobrenadante y al sedimento (*pellet*) se añadió 5 mL de solución hipotónica (KCl 0.075 M) previamente atemperada a 37°C y se dejó en incubación a 37°C por un tiempo no menor a 17 minutos ni mayor de 20 al cabo de los cuales se colocó 1 mL de solución fijadora a

cada uno de los tubos que se están trabajando y se procedió a centrifugarlos a 1000 rpm por 10 minutos. Se descartó el sobrenadante y se añadió muy suavemente 5 mL de solución fijadora (metanol – ácido acético, 3:1) utilizando un vortex mixer y se dejó en fijación por un mínimo de 30 minutos. Después de esta primera fijación se procedió a una segunda con 2 mL de fijador y en una tercera fijación se añadió no más de 0.5 mL de fijador dependiendo del aspecto y volumen del sedimento. De este último volumen cuidadosamente resuspendido se colocó dos o tres gotas sobre un portaobjetos previamente limpiado, secado y guardado en la refrigeradora de un día para otro. Procedimiento denominado «extendido» y estos extendidos se guardaron al menos por tres días antes de su coloración con Giemsa al 3%, pH 6.8 por 8 a 10 minutos.

2.5 *Análisis al microscopio*

Los portaobjetos con las muestras extendidas fueron teñidos con una solución de Giemsa al 3% en una mezcla en partes iguales de buffer fosfato pH 6.8 y agua corriente. Las láminas fueron coloreadas por 10 minutos a temperatura ambiente. Fueron lavadas con agua destilada y puestas a secar en estufa. Para su visualización al microscopio se usó un microscopio ZEISS Axioscop 2.

3. Resultados

La Tabla 1 muestra de manera sinóptica todo el trabajo realizado con las 15 alpacas, 7 llamas, 6 vicuñas y 12 guanacos estudiados. Se da también el número de portaobjetos preparados y analizados. Esta información se complementa con la información sobre el número de metafases analizadas al microscopio por cada especie: 451 para alpaca, 166 para llama, 230 para vicuña y 370 de guanaco.

La Tabla 1 resume y explica el aspecto principal de este estudio, que es la identificación de los 37 pares de cromosomas en cada una de estas especies, uno por uno. El procesamiento de las fotografías tuvo una serie de dificultades derivadas del uso de una cámara fotográfica inadecuada con la consiguiente pérdida de enfoque en un gran número de preparados. Algunas de las fotografías no muestran claramente los detalles del cromosoma pero, el idiograma que acompaña a cada una de ellas (margen lateral derecho) puede ayudar en la

visualización de cada cromosoma y de cada grupo de cromosomas.

Aunque se intentó el bandeamiento G y C de los preparados, la técnica no estuvo a punto para lograr una mejor resolución de la estructura de los cromosomas. Sin embargo, para los preparados de llama, vicuña y guanaco, durante el procesamiento de la tinción convencional, se produjo una tinción espontánea que dejaba entrever el patrón de bandas G. Eso explica el aspecto discontinuado en la tinción de algunos de los cromosomas. Eso, ayudó también en la identificación de los pares de homólogos y en la ubicación de los cromosomas dentro del cariotipo. Las fotografías de los cromosomas de alpaca se tomaron con una cámara digital CANON AB80 a un aumento de 1250X en un microscopio Axioscop-2 (ZEISS). Las fotos de los cromosomas de llamas, vicuñas y guanacos se hicieron utilizando película fotográfica KODAK Tri X-Pan en blanco y negro en un microscopio JENAMED2 (ZEISS), a una aumento de 1000X.

4. Discusión

Basándonos en el análisis citogenético convencional aplicado en nuestro laboratorio se pudo comprobar la similitud morfológica de los cromosomas de los camélidos sudamericanos. El análisis de los cariotipos reveló que las semejanzas estructurales entre las cuatro especies estudiadas llegaban hasta el nivel de los brazos cromosómicos, sin signos que pudieran servir para diferenciar los cromosomas de una especie en particular. La uniformidad cariotípica observada indicaría por lo tanto que la diferenciación fenotípica alcanzada por estas especies no ha sido acompañada por reordenamientos cromosómicos fáciles de discernir [2]. Las diferencias cromosómicas que pudieran existir podrían estar fuera del poder de resolución de las técnicas de observación citológica empleadas en este trabajo.

Aunque se intentó el bandeamiento G y C de los preparados, no tuvimos éxito en las tinciones. Sin embargo, en algunos preparados de llama, vicuña y guanaco, durante el proceso de tinción, se dio espontáneamente, un bandeamiento G y pudimos aprovechar esta circunstancia para identificar con precisión los pares de homólogos en aquellas metafases. Por esta razón los cromosomas mostrados en la Tabla 1 y muchos otros observados a lo largo del análisis citogenético, presentan un esbozo de

bandas G. Esta circunstancia fue de gran ayuda para la identificación de los pares de cromosomas homólogos. Las fotografías de los cromosomas de alpaca se tomaron con una cámara digital CANON AB80 a un aumento de 1250X en un microscopio Axioscop-2 (ZEISS). Las fotos de los cromosomas de llamas, vicuñas y guanacos se hicieron utilizando película fotográfica KODAK Tri X-Pan en blanco y negro en un microscopio Jenamed2 (ZEISS) y una magnificación de 1000X.

Un siguiente paso debiera ser el uso de la citogenética molecular (hibridización in situ con fluorescencia) para establecer diferencias entre los cromosomas de las diferentes especies de CSA en base a la detección de diferencias sutiles en las cromátides [5].

Para el ordenamiento de los cromosomas dentro del cariotipo hemos seguido una combinación de lineamientos morfológicos explicados en los trabajos de Levan y col. [6], Hsu y Benirschke [7] y las pautas del último ISCN (International System for Human Cytogenetic Nomenclature 2005) [8] que son aplicables, como criterios generales, al análisis de los cromosomas de mamíferos.

Como ya se mencionó, no hemos realizado el análisis de los cromosomas con bandeamiento G y C debido fundamentalmente a razones técnicas (problemas de reproducibilidad de las técnicas ensayadas probablemente debido al uso de reactivos químicos caducados, pH del agua muy alcalino, material de vidrio inadecuado, etc.).

La mayor dificultad para la identificación de los cromosomas en estas especies es la pequeñez y similitud estructural de por lo menos 12 pares de cromosomas autosómicos. Los cromosomas sexuales son relativamente fáciles de identificar. El X es un enorme metacéntrico y el Y es un pequeño subtelocéntrico (Tabla 1).

Con 74 cromosomas por célula es difícil incluso hacer el recuento cromosómico en metafase. Sin embargo, la extensión de los cromosomas mejora mucho cuando al momento de la preparación citológica, con el portaobjetos frío y aún sin muestra, se deja caer sobre el vidrio helado una gota de ácido acético puro e inmediatamente hacer el goteo de la muestra sobre la lámina. Se obtuvieron extendidos de metafases de buena calidad en

la mayor parte de las muestras procesadas de este modo.

Pese a que los estudios de bandeamiento G en CSA han mostrado ciertas diferencias en los patrones de estas bandas, las similitudes de los patrones de bandas C y G, sumadas a las similitudes en el número $2N = 74$ y la morfología cromosómica refuerzan la tesis que la Familia *Camelidae* tiene un cariotipo muy conservado en términos evolutivos [9].

5. Conclusiones

5.1 El número cromosómico obtenido del estudio citogenético de las especies estudiadas ha sido confirmado en $2n = 74, XY$.

5.2 Bajo las condiciones de este estudio, no se encontró diferencias morfológicas intraespecíficas en los cromosomas de los animales provenientes de diferentes localidades del Perú.

5.3. La similitud cromosómica de las especies de CSA refuerza los hallazgos recientes de similitudes entre secuencias del gen del citocromo b y marcadores moleculares SSR (Secuencias simples repetidas) y RAPD (marcadores anónimos polimórficos) [10].

5.4. Aunque hay pequeñas diferencias en la longitud de ciertos segmentos cromosómicos, podemos aceptar que los cromosomas del cariotipo de las especies estudiadas son muy similares, pudiendo ser agrupados en cuatro grupos: Un grupo A con 10 pares de subtelocéntricos (cromosomas del 1 al 10), un grupo B con 10 pares de telocéntricos (cromosomas del 11 al 20), un grupo C de 9 pares de submetacéntricos (cromosomas del 21 al 29) más el cromosoma Y, y, un grupo D: con 7 pares de metacéntricos más el cromosoma X (cromosomas del 30 al 36).

6. Referencias

[1] Hare WCD, Ingh EL. Citogenética de la Reproducción Animal. Zaragoza: Editorial Acribia; 1979. p. 109-150.

[2] Zapata Salfate OB. Diferenciación de Camélidos Sudamericanos mediante análisis cariotípico. [tesis para optar el grado de Magíster en Producción Animal] Santiago de Chile: Pontificia Universidad Católica de Chile. Facultad de Agronomía e Ingeniería Forestal; 2000.

[3] Larramendy M, Vidal L, Bianchi M, Bianchi N. Camélidos Sudamericanos: Estudios Genéticos. Informe Final. IX CONGRESO Latinoamericano de Zoología. Octubre; Lima: Perú; 1983. p. 159–163.

[4] International Atomic Energy Agency. Cytogenetic Analysis for Radiation Dose Assessment. A Manual. Technical Reports Series N° 405. Vienna: Austria; 2001.

[5] Arias Cruz ND. Estandarización de una técnica molecular para el diagnóstico de sexo genotípico de alpacas. [tesis de Bachiller en Medicina Veterinaria]. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos. Facultad de Medicina Veterinaria; 2006.

[6] Levan AKF, Sandberg AA. Nomenclature for centromeric position on chromosomes. *Hereditas* (Lund) 1964; 52:201-220.

[7] Hsu TC, Benirschke K. An Atlas of Mammalian Chromosomes, Vol I, Folio 40. New York: Springer-Verlag; 1967.

[8] ISCN. An International System for Human Cytogenetic Nomenclature. Shaffer

LG, Niels Tommerup N, Editors. S. Karger Basel; 2005.

[9] Gallaguer DS, Womack JE. Chromosome conservation in the *Bovidae*. *Journal of Heredity*. 1992; 83:287-298.

[10] Capanna E, Civitelli MV. The chromosomes of three species of neotropical *Camelidae*. *Mammalian Chromosomes Newsletter*. 1965; 17:75.












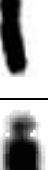

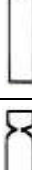



Agradecimientos:















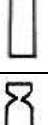


























Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONCYTEC) que subvencionó este trabajo a través del Contrato N° 552-2004.

A la Ing° Zootecnista Cindy Vanessa Ballardo Matos de la Universidad Nacional del Centro y al Biólogo José Arturo Olórtegui Livia de la Universidad Nacional Mayor de San Marcos por su apoyo en los momentos más difíciles del trabajo.

Al Consejo Nacional de Camélidos Sudamericanos (CONACS) por autorizar el muestreo de 12 guanacos.

Tabla 1: Estructura comparativa de los cromosomas de los camélidos sudamericanos.

| CROMOSOMA | ALPACA | LLAMA | VICUÑA | GUANACO | IDIGRAMA |
|-----------|--------|---|---|---|---|
| 1 | |  |  |  |  |
| 2 | |  |  | |  |
| 3 | |  |  |  |  |
| 4 | | |  |  |  |
| 5 | | |  |  |  |

| CROMOSOMA | ALPACA | LLAMA | VICUÑA | GUANACO | IDIGRAMA |
|-----------|---|---|---|---|---|
| 6 |  | |  |  |  |
| 7 |  |  |  | |  |
| 8 |  | |  |  |  |
| 9 |  | |  | |  |
| 10 |  | |  |  |  |
| 11 |  | | | |  |
| 12 |  | | | |  |
| 13 |  |  | | |  |
| 14 |  |  | |  |  |
| 15 |  | | | |  |
| 16 |  | |  | |  |
| 17 |  |  |  | |  |
| 18 |  | | | |  |
| 19 | | | | | |
| 20 | | | | | |

| CROMOSOMA | ALPACA | LLAMA | VICUÑA | GUANACO | IDIGRAMA |
|-----------|--------|-------|--------|---------|----------|
| 21 | | | | | |
| 22 | | | | | |
| 23 | | | | | |
| 24 | | | | | |
| 25 | | | | | |
| 26 | | | | | |
| 27 | | | | | |
| 28 | | | | | |
| 29 | | | | | |
| 30 | | | | | |
| 31 | | | | | |
| 32 | | | | | |
| 33 | | | | | |
| 34 | | | | | |
| 35 | | | | | |
| 36 | | | | | |
| X | | | | | |
| Y | | | | | |

Aislamiento e identificación de bacterias en el reactor RP-10 del Centro Nuclear “RACSO”

Midalit Medina^{1,2}, Milagros Quintana^{1,3}, Johanna Sánchez⁴, Juan Agapito⁵, Ángel Revilla⁶, Marco Espinoza^{1,*}

¹ IPEN, Laboratorio de Citogenética y Radiobiología, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Universidad Nacional de San Agustín, Escuela Profesional y Académica de Biología, Arequipa, Perú

³ Universidad Peruana Cayetano Heredia, Unidad de Biotecnología Molecular, Laboratorios de Investigación y Desarrollo de Ciencia y Tecnología (LID), Av. Honorio Delgado 430, Lima, Perú

⁴ Universidad Peruana Cayetano Heredia, Laboratorio de Biotecnología Ambiental, Av. Honorio Delgado 430, Lima, Perú

⁵ IPEN, Laboratorio de Biología Molecular, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

⁶ IPEN, Dirección General de Instalaciones, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El objetivo de esta investigación fue aislar e identificar las bacterias que viven en el fondo de la pileta auxiliar del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO. Se colectaron muestras de bacterias a partir del agua y de la superficie de un tapón de aluminio y, se inocularon sobre diferentes medios de cultivo para su aislamiento. Para la caracterización fenotípica se usaron técnicas microbiológicas como la coloración de Gram, coloración de esporas y pruebas bioquímicas. Esto ha permitido identificar presencia de diferentes géneros bacterianos tales como *Bacillus*, *Staphylococcus* y bacilos gram negativos. A su vez se muestran avances en la identificación molecular así como en la estandarización de la extracción de ADN y amplificación parcial del gen 16S rRNA por Reacción en Cadena de la Polimerasa (PCR).

Abstract

The aim of this study was isolation and identification of bacteria living in the bottom of the auxiliary pool of the RP-10 in the Nuclear Center RACSO. Samples of bacteria from water and from the surface of an aluminum stopple were collected and inoculated into different media for culturing and isolation. For phenotypical characterization, microbiological techniques as Gram staining, spore staining and biochemical assays were used. This permitted to us to identify presence of different bacterial genus like *Bacillus*, *Staphylococcus* and Gram-negative bacteria. At the same time, advances in molecular identification, DNA extraction standardization and partial amplification of gene 16S rRNA using PCR technology are shown.

1. Introducción

En las centrales nucleares el combustible nuclear gastado se almacena en piscinas de hormigón revestidas de acero inoxidable que se denominan piscinas de almacenamiento de combustible nuclear gastado, éstas a su vez actúan de blindaje. La calidad del agua debe ser extremadamente alta. Ello se logra con un sistema de filtración y desmineralización para evitar la acumulación de sales y el riesgo de corrosión, así como la ultraclarificación a base de resinas. Sin embargo, a pesar de las condiciones oligotróficas y de radiactividad se ha reportado la existencia de microorganismos en el sistema de agua y dentro de las piscinas de almacenamiento de combustible nuclear gastado de una Central

Nuclear activa [1,2,3,4], así como en muestras de suelo alrededor de la Central Nuclear de Chernobyl [5].

Los microorganismos adaptados a este ambiente (denominados extremófilos), se organizan en comunidades conocidas como biofilms donde capturan los radionúcleidos presentes en las aguas de las piscinas nucleares, especialmente ⁶⁰Co [6,7] y también acumulan selectivamente metales pesados [8]. Esta capacidad de retención abre la posibilidad del empleo de estos microorganismos en la bioremediación de aguas radiactivas; y para tal fin, el primer paso es identificarlos.

* Correspondencia autor: mespinoza@ipen.gob.pe

En este trabajo se presentan los avances en la identificación de la biodiversidad bacteriana existente en la pileta auxiliar del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO.

2. Materiales y Métodos

Identificación Fenotípica

2.1. Medios de Cultivo

Para el cultivo y aislamiento de los microorganismos existentes en lapileta auxiliar del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO se emplearon los medios reportados [5]:

Caldo Triptona Soya (TSB, 30 g/L, pH 7.3±0.1); Agar Triptona Soya (TSA, 40 g/L, pH 7.3±0.1); Agar Nutritivo (AN, 28 g/L, pH 7.0±0.2); Agar Cerebro Corazón (BHI, 52 g/L, pH 7.4±0.2); Agar STC (pH 7.2).

2.2. Cultivo de microorganismos

Se realizó 2 tipos de toma de muestra en el cementerio de elementos combustibles gastados al fondo de la pileta auxiliar del reactor nuclear RP-10:

a) En agua

Se colectó agua en una botella estéril de un 1L y se analizó por el método de las membranas filtrantes. Para tal fin, se filtró 100 ml de la muestra mediante vacío a través de filtros de membrana Millipore de nitrocelulosa de 45mm de diámetro por 0.2 µm de poro [9]. Los filtros se colocaron sobre los siguientes medios sólidos: TSA, AN, BHI y STC e inmediatamente se incubaron a 30°C hasta que aparecieron colonias visibles. Las colonias aisladas con características morfológicas diferenciadas (forma, borde, elevación, color) se resembraron en los medios donde crecieron hasta obtener cultivos axénicos.

b) En superficie no plana

Se empleó el método del hisopo para muestrear la superficie [9] de un tapón de aluminio ubicado en el fondo de la pileta auxiliar. Se identificó las zonas de corrosión y con un hisopo estéril se restregó varias veces, enseguida se introdujo en un tubo con 5 ml de caldo TSB el que se dejó incubando a 30°C durante 24 h. Con ayuda de un asa de vidrio se sembró 100 µl de la suspensión bacteriana en placas con medios sólidos (TSA, AN, BHI y STC). Las placas se incubaron a 30°C hasta que aparecieron

colonias visibles y se resembró hasta obtener cultivos puros.

Las cepas bacterianas se almacenaron en tubos con TSA a 4°C. A su vez, se conservaron a -20°C en caldo TSB al 15% de glicerol.

2.3. Coloración de Gram y de esporas

La morfología celular de los cultivos puros en fase exponencial (cultivos de 24 h) se analizó mediante la coloración de Gram [10]; para tal fin se preparó un frotis con una gota del caldo bacteriano sobre láminas portaobjetos y se fijó por calor. Luego, se agregaron gotas de cristal violeta y se dejó actuar por 1 min. Después, cada lámina se lavó a chorros de agua corriente, y se cubrió con gotas de lugol durante 2 min. Se lavó la lámina y enseguida se decoloró con alcohol acetona hasta que la preparación dejó de perder color. Se enjuagó la lámina con abundante agua corriente para eliminar el resto de disolvente y luego se tiñó con safranina durante 1 min. Se lavó con agua corriente para eliminar el colorante de contraste y finalmente las láminas se secaron a temperatura ambiente.

En la tinción de esporas se emplearon cultivos en fase estacionaria para dar lugar a que las bacterias produzcan las esporas [10]. Los frotis se colorearon con gotas de verde de malaquita al 5% y las láminas se expusieron a la llama del mechero de tal forma, que el colorante humeó durante 5 min y el frotis no se secó ya que se añadió más colorante cuando éste se evaporaba. La lámina se lavó con abundante agua para eliminar el exceso de colorante. Luego se agregó safranina por 30 seg y se lavó a chorros con abundante agua el exceso de colorante. Por último, la preparación se secó a temperatura ambiente. En ambos casos las láminas coloreadas se examinaron en un microscopio ZEISS Axioscop 2 provisto de un lente de inmersión (100X).

Identificación Bioquímica

2.4. Medios de Cultivo

Para la identificación bioquímica de las cepas bacterianas se utilizaron los siguientes medios de cultivo [10]: Agar Triptona Soya (TSA); Agar citrato de Simmons (Cit, 24.2 g/L, pH 6.8±0.2); Agar Hierro Tres Azúcares (TSI, 65 g/L, pH 7.4±0.2); Agar Lisina Hierro (LIA, 32 g/L, pH 6.7±0.2); Caldo Rojo de Metilo-Voges Proskauer (RMVP, 17 g/L, pH 6.9±0.2); Caldo Urea (Urea, 38.5

g/L, pH 6.8±0.2); Caldo con dextrosa (Dext), manitol (Mani), rafinosa (Raf) y sorbitol (Sorb); Gelatina Nutritiva (Gel, 128 g/L, pH 6.8±0.2), Medio SIM (SIM, 30 g/L, pH 7.3±0.2).

2.5. Pruebas bioquímicas

Cada una de las cepas bacterianas se sembró en agar TSA y se incubaron a 37°C por 24h, estos cultivos jóvenes se sometieron a las siguientes pruebas bioquímicas:

Catalasa (peróxido de hidrógeno); Oxidasa (reactivo oxidasa); Rojo de Metilo y Voges Proskauer (RMVP); Movilidad, producción de indol y liberación de H₂S (SIM); Fermentación de los carbohidratos (TSI); Metabolismo de la lisina (LIA); Licuefacción de la gelatina (Gel); Metabolismo del citrato (Cit); Hidrólisis de la urea (Urea); Utilización de la dextrosa, sorbitol, rafinosa y manitol.

Identificación Molecular

2.6. Extracción de ADN

Para la extracción de ADN genómico se emplearon las cepas bacterianas puras aisladas por sus características fenotípicas. Primeramente se reactivaron las bacterias inoculando una colonia en 3ml de caldo TSB y se dejó a 37°C por 24 horas. Se centrifugó 1000 µl del caldo bacteriano a 9000 rpm durante 15 min. Luego el pellet celular se resuspendió en 250 µl de buffer TE-Lisozima (Tris-HCl 10 mM pH 8, EDTA 1 mM pH 8, Lizosima 10mg/ml) y se incubó a 37°C en baño María por 1 hora. A la suspensión se adicionó 25 µl de Proteinasa K (20 mg/ml) y se dejó incubando a 37°C hasta el día siguiente. Después se agregó 400 µl de buffer de Lisis (Tris-HCl 200 mM pH 8, NaCl 100 mM, SDS 1%) y se homogenizó suavemente por inversión. Inmediatamente los tubos se sometieron en agua a 70°C durante 1 min y luego en hielo durante 1 min (por tres veces). Al término del choque térmico se añadió 600 µl de fenol a los tubos, se homogenizaron por inversión y luego se centrifugaron a 6500 rpm durante 5 min. La fase acuosa se transfirió a tubos estériles y se les agregó cloroformo: alcohol isoamílico (24:1), y se procedió de manera similar que con el fenol. Se adicionó 1ml de isopropanol frío para precipitar el ADN y se dejó a -20°C durante 30 min; luego los tubos se centrifugaron a 13000 rpm por 20 min. Finalmente los precipitados de ADN se lavaron con 1ml de etanol al 70% y se resuspendieron 100 µl de buffer TE.

La concentración de ADN se analizó por comparación con la intensidad de la banda mayor del marcador λ/HindIII de concentración conocida (50ng/µl) en un gel de agarosa al 1%.

2.7. Amplificación parcial del gen 16S rRNA por Reacción en Cadena de la Polimerasa (PCR)

El gen 16S rRNA de las cepas bacterianas aisladas se amplificó en un termociclador TECHNE TC-412 con los primers universales complementarios de *E. coli*:

27f (5'AGAGTTTGATCMTGGCTCAG 3') y 1387r (5'GGGCGGWGTGTACAAGGC 3') [11, 12, 13]. Para una reacción de 50µl se empleó 50 ng de ADN genómico, buffer de reacción PCR 1X, 2.5mM de MgCl₂, 10 pmoles de cada primer, 200µM de mezcla de dNTPs, 2% de DMSO (v/v) y 1 unidad de TaqPol. Las condiciones de PCR [13] fueron: desnaturalización a 95°C por 5 min seguido por 30 ciclos de amplificación a 95°C por 30 seg, 57°C por 30 seg y 72°C por 90 seg; seguido por un ciclo de extensión final a 72°C por 10 min y un paso final de enfriamiento a 4°C.

Los productos de amplificación se visualizaron por electroforesis en gel de agarosa al 1 % en buffer TBE 1X. La electroforesis se realizó en una cámara de electroforesis horizontal (BioRad, Wide Mini SubTM Cell) a 60V por 60 min en presencia de un marcador estándar de peso molecular (λ/Hind III) de concentración conocida. Los geles fueron teñidos con bromuro de etidio (0.5 mg/ml.) durante 15 min y enjuagados en agua destilada. Los resultados se visualizaron y fotografiaron en un analizador de imágenes (BioRad, GelDocTM XR System).

2.8. Purificación de amplificados

Los productos de PCR se purificaron según el protocolo Wizard® PCR Preps DNA Purification System [14]. El proceso de purificación se evaluó por electroforesis en gel de agarosa (1%) descrita anteriormente.

3. Resultados y Discusión

3.1. Identificación Fenotípica

Se obtuvieron 19 cultivos puros que fueron caracterizados como se detalla en la Tabla 1. Con la coloración de Gram se identificaron las siguientes morfologías: 3 cepas cocos Gram positivas, 8 cepas bacilos Gram

positivas y 8 cepas bacilos Gram negativas (Fig. 1).

A través de la coloración de esporas se determinó que las cepas de forma bacilar Gram + eran esporuladas (Fig. 2). Mediante el sistema de clasificación de Bergey's Manual [15] se logró identificar lo siguiente: Las 8 cepas bacilos Gram positivos corresponden al Género *Bacillus* por la visualización microscópica de sus células en forma de bacilos rectos y voluminosos, que se disponían en pares y cadenas (Fig.1a). Resultaron Gram positivos con la formación de una endospora (Fig. 2) no deformante por célula y también presentaron motilidad (Fig. 3). Se caracterizaron por su crecimiento aeróbico, facultativamente anaeróbico y con metabolismo quimioorganotrofo (fermentación de la glucosa) (Fig. 4). Y además, presentaron reacción enzimática de catalasa positiva.

Las 3 cepas de forma cocoide corresponden al Género *Staphylococcus* ya que resultaron cocos Gram positivos (Fig. 1c) y sus células se disponían en forma aislada, pares, en racimos y agrupaciones. Presentaron reacción catalasa positiva y movilidad negativa. Fueron capaces de producir ácido de la glucosa tanto en aerobiosis como en anaerobiosis.

Nuestros resultados concuerdan con los estudios previos realizados en la central Nuclear de Cofrentes, España[1,2,3,4]. La existencia de *Bacillus* y *Staphylococcus* está en correlación con la resistencia a la radiación gamma y sobretodo las bacterias esporuladas que son relativamente resistentes. Con respecto a las bacterias Gram negativas no esporuladas también se han aislado a partir del agua de la piscina de almacenamiento de combustible nuclear gastado [2].

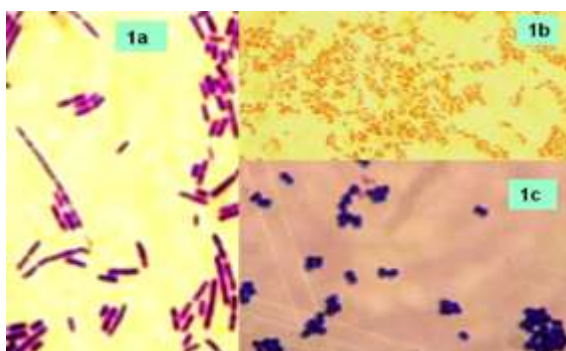


Figura 1: Morfología de las bacterias aisladas en medios de cultivo. **1a** Bacilos Gram positivos. **1b** Bacilos Gram negativos. **1c** Cocos Gram positivos. Aumento 1000 X.

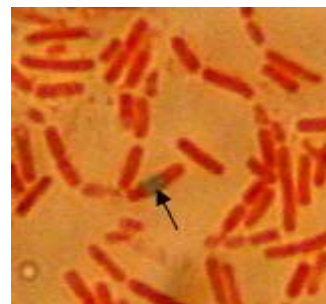


Figura 2: Bacilos esporulados (espora se tiñe de color verde, ver flecha).

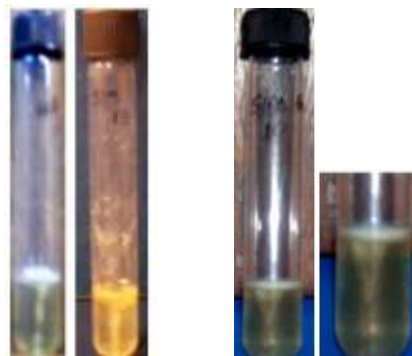


Figura 3: Las bacterias crecen en todo el medio SIM, por lo tanto se movilizan.



Figura 4: Crecimiento de bacterias del género *Staphylococcus* en medio sólido.

3.2. Identificación Molecular

3.2. Identificación Molecular

Las condiciones de extracción de ADN se estandarizaron en base al protocolo de Barns [16] y modificado según Sambrook [17], de esa manera se adaptó a las condiciones de nuestro laboratorio. Se logró extraer suficiente ADN (alrededor de 50 ng/ul) a partir de los cultivos puros aislados de la pileta auxiliar del reactor nuclear (Fig.5).

En cuanto a la amplificación del gen 16S rRNA de las eubacterias aisladas se establecieron las condiciones óptimas con los primers universales 27f y 1387r (Fig. 6) que coincidieron con lo reportado por Quintana[13] con la variante respecto a la cantidad de ADN empleado [1]. Los productos de PCR que se observaron en gel

de agarosa al 1% correspondieron al tamaño del gen 16S rRNA bacteriano, es decir alrededor de 1.5 Kpb.

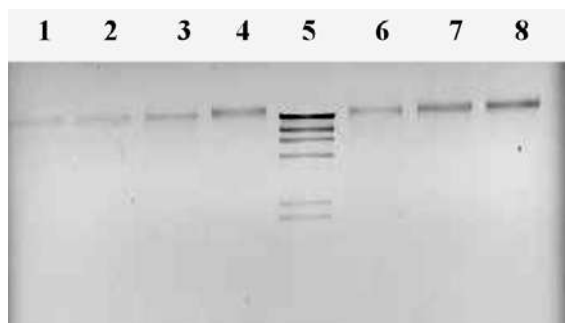


Figura 5: Electroforesis en gel de agarosa 1% del ADN genómico de las cepas bacterianas en estudio. Buffer TBE 1X, 60V, 60 min. 1. Cepa 1, 2. Cepa 5, 3. Cepa 9, 4. Cepa 10, 5. Marcador λ HindIII (50 ng/ul), 6. Cepa 11, 7. Cepa 13, 8. Cepa 14.

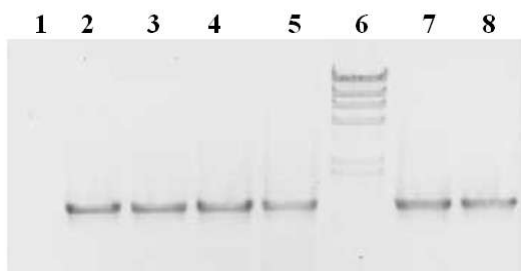


Figura 6: Electroforesis en gel de agarosa 1% de los amplificados del 16S rRNA de las bacterias en estudio. Buffer TBE 1X, 60V, 60 min. 1. control negativo del PCR, 2. Cepa 1, 3. Cepa 5, 4. Cepa 9, 5. Cepa 10, 6. Marcador λ HindIII (50 ng/ul), 7. Cepa 11, 8. Cepa 13.

El proceso de la purificación directa del ADN a partir del producto amplificado fue óptimo ya que al visualizarlo en un gel de agarosa 1% se comprobó su pureza libre de contaminantes (Fig.7). Los productos purificados se han resuspendido y almacenado en 20 μ l de buffer TE para su identificación molecular definitiva; para tal efecto serán secuenciados en un ABI PRISM 310 Genetic Analyser (Applied Biosystems) siguiendo las instrucciones del fabricante. Las secuencias obtenidas se compararán directamente con todas las secuencias reportadas y depositadas en la base de datos de NCBI (National Center of Biotechnology Information) usando el programa Fasta3, y de esa manera se determinará su correspondiente identificación.



Figura 7: Aspecto de la electroforesis en el gel de agarosa 1% del producto de PCR purificado con Wizard® PCR Preps DNA Purification System (Promega). 1. Marcador λ HindIII (50 ng/ul), 2. Cepa 1.

4. Conclusiones

Se han establecido las condiciones óptimas para el cultivo y el aislamiento de bacterias provenientes del fondo de la pileta auxiliar del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO, esto ha permitido identificar bacterias gram positivas tales como *Bacillus-Staphylococcus* y también bacilos gram negativos.

La estandarización para la extracción de ADN de bacterias gram positivas y gram negativas en estudio se ha optimizado, así como la amplificación del gen 16S rRNA con los primers universales 27f y 1387r. Este avance permitirá la identificación molecular por la técnica de Secuenciación de ADN.

5. Referencias

- [1] Chicote E, Moreno DA, García AM, Sarró MI, Lorenzo PI, Montero F. Biofouling of the walls of a spent nuclear fuel pool with radioactive ultrapure water. *Biofouling*. 2004; 20(1):35-42.
- [2] Chicote E, García AM, Moreno DA, Sarró MI, Lorenzo PI, Montero F. Isolation and identification of bacteria from spent nuclear fuel pools. *Journal Industrial of Microbiology & Biotechnology*. 2005; 32:155-162.
- [3] Sarró MI, García AM, Moreno DA. Biofilm formation in spent nuclear fuel pools and bioremediation of radioactive water. *International Microbiology*. 2005; 8:223-230.
- [4] Sarró MI, García AM, Moreno DA, Montero F. Development and characterization of biofilms on stainless steel and titanium in spent nuclear fuel pools.

Journal Industrial of Microbiology & Biotechnology. 2007; 34:433-441.

[5] Zavilgelsky GB, Abilev SK, Sukhodolets VV, Ahmad SI. Isolation and analysis of UV and radio-resistant bacteria from Chernobyl. Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology. 1998; 43:152-157.

[6] Moreno DA, Montero F. Procedimiento de biorremediación para la concentración y eliminación de radionucleidos en las aguas radiactivas de las piscinas nucleares. 2004. Patente Española número P2002-00006.

[7] Diósi G, Telegdi J, Farkas G, Gázsó LG, Bokori E. Corrosion influenced by biofilms during wet nuclear waste storage. 2003. International. Biodeterioration & Biodegradation. 51: 151- 156.

[8] Selenska-Pobell S, Panak P, Miteva V, Boudakov I, Bernhard G, Nitsche H. Selective accumulation of heavy metals by three indigenous *Bacillus* strains, *B. cereus*, *B. megaterium* and *B. sphaericus* from drain waters of a uranium waste pile. FEMS Microbiology Ecology. 1999; 29:59-67.

[9] Agurto T. Manual de Técnicas en Microbiología. 1ra. Ed. Lima: Imprenta La Pluma Fuente S.A; 1989.

[10] Agurto T, Guerra A. Microbiología Básica. Coloraciones de bacterias y la bioquímica en los medios de cultivos. Lima: Editorial Imprenta Unión; 2004.

[11] Lane DJ. 16S/23S rRNA sequencing. En: Stackebrandt E, Goodfellow M. Editors. Nucleic Acid Techniques in Bacterial Systematics. New York: Wiley; 1991. p 115-175.

[12] Marchesi JR, Sato T, Weightman AJ, Martin TA, Fry JC, Hiom SJ, Wade WG. Design and evaluation of useful bacterium-specific PCR primers that amplify genes coding for bacterial 16S rRNA. Applied and Environmental Microbiology. 1998; 64(2): 795-799.

[13] Quintana M, Ly M, Montoya Y, Bauer J, Espinoza J, Espinoza M. Identificación molecular de microorganismos acidófilos en un tanque industrial de biooxidación de arsenopirita para la recuperación de Oro. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima: Perú; 2007. p. 214-222.

[14] PROMEGA. Wizard® PCR Preps DNA Purification System Technical Bulletin. Instructions for use of products A9280, A9281 AND A9282. Promega Corporation, USA, 2008.

[15] Sneath P, Mair N, Sharpe E, Holt J. Bergey's manual of systematic bacteriology II. USA: Williams & Wilkins; 1986.

[16] Barns SM, Fundyga RE, Jefferies MW, Pace NR. Remarkable diversity detected in a Yellowstone National Park hot spring environment. 1994. Proceedings of the National Academy of Sciences USA 91: 1609-1613.

[17] Sambrook, J, Fritsch EF, Maniatis T. Molecular Cloning: A Laboratory Manual. Cold Spring Harbor Laboratory Press, Cold Spring Harbor, NY; 1989.

Nota: El presente trabajo ha sido desarrollado en el marco del Proyecto "Biorremediación de minas abandonadas" PER/8/014.

Tabla 1: Características fenotípicas diferenciales de las cepas bacterianas aisladas de la pileta auxiliar del reactor nuclear RP-10 del Centro Nuclear RACSO. El símbolo + indica reacción positiva y el símbolo – significa reacción negativa.

| Características | Cepa N° | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|--------------------------------|------------|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 |
| Coloración de Gram | + | - | - | - | + | - | - | - | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | - |
| Forma de bacilos | - | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | + |
| Forma de cocos | + | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - |
| Formación de endoesporas | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - | + | + | + | - |
| Catalasa | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + |
| Oxidasa | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | - |
| Movilidad | - | - | - | - | - | - | - | - | + | + | + | - | + | + | - | + | + | + | - |
| Prueba de Voges | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - |
| Prueba de rojo de metilo | + | - | - | - | + | - | - | - | + | + | + | + | + | + | - | + | + | + | - |
| Acidez de glucosa | + | + | + | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| lactosa | + | + | + | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| sacarosa | + | + | + | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| Gas de glucosa | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Producción de H ₂ S | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Licuefacción de la gelatina | - | - | + | - | - | - | - | - | + | + | + | - | + | + | + | + | + | + | - |
| Utilización del citrato | - | + | - | - | - | - | - | - | - | + | + | - | - | - | + | + | - | - | + |
| Formación de Indol | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Lisina descarboxilasa | - | + | - | + | - | + | + | + | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | + |
| Lisina deaminasa | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Hidrólisis de la urea | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - |
| Utilización de dextrosa | + | + | + | - | + | + | - | - | + | + | + | + | + | + | + | + | + | + | - |
| sorbitol | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - |
| rafinosa | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| manitol | + | + | - | - | + | + | - | - | - | - | - | - | - | - | + | - | - | - | - |

Actividad antimicrobiana de propóleo en solución etanólica y en películas de quitosano-alcohol polivinílico

Kety León¹, Julio Santiago^{1,2,*}

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

² Departamento de Química Orgánica, Facultad de Química e Ing. Química, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Venezuela S/N, Lima 1, Perú

Resumen

Se ha estudiado la actividad antimicrobiana de extractos etanólicos de propóleo, *Apis mellifera*, y de películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas en dichas soluciones, frente a *S. aureus*, *E. coli* y *P. aeruginosa*. El extracto etanólico de propóleo presenta actividad antimicrobiana frente a *S. aureus* ATCC 25923, inclusive cuando se le diluye en una solución hidroalcohólica al 10%. En cambio, las películas de quitosano-PVA embebidas en la misma solución hidroalcohólica de propóleo no presentan actividad antimicrobiana frente a la misma cepa. Ninguna de las muestra ensayadas presentó actividad frente a *E. coli* y *P. aeruginosa*.

Abstract

The antimicrobial activity of ethanolic extracts of propolis, *Apis mellifera*, and of chitosan-polyvinyl alcohol films immersed in those solutions against *S. aureus*, *E. aeruginosa coli* and *P. aeruginosa* have been studied. The ethanolic extract of propolis exhibits antimicrobial activity against *S. aureus* ATCC 25923, even after dilution in a 10% hydroalcoholic solution. However, films of chitosan-PVA immersed in the same hydroalcoholic solution of propolis have no antimicrobial activity against the same microorganism. None of the studied samples exhibited activity against *E. coli* and *P. aeruginosa*.

1. Introducción

El empleo de productos naturales ha constituido durante siglos una fuente de remedios y métodos terapéuticos para el hombre. Por ello en la actualidad persiste el uso de plantas medicinales. El Perú cuenta con una abundante flora con numerosas especies vegetales que poseen propiedades curativas. A lo largo de los años se han realizado diversos estudios para determinar las propiedades antimicrobianas de estos productos naturales, estudiando sus componentes y el efecto de los mismos frente a los microorganismos patógenos.

Desde hace unos años estamos desarrollando películas de quitosano-alcohol polivinílico (PVA), obtenidas por radiación gamma, conteniendo extractos de productos naturales para evaluar su eficiencia como materiales para el tratamiento de heridas y úlceras. En un estudio previo se ha observado que las propiedades antimicrobianas de la sangre de grado, *Croton lechleri*, se potencian cuando se encuentran dentro de películas de quitosano-PVA [1]. En efecto, el látex puro presenta actividad contra *S. aureus* pero una

película de quitosano-PVA embebida con una solución hidroalcohólica diluida exhibe la misma actividad frente a esa bacteria. Esto es muy importante si se tiene en cuenta que el látex puro es tóxico. Además, la capacidad cicatrizante *in vivo* de las películas embebidas es mayor a la del látex de sangre de grado [2].

Dentro de los productos naturales de importancia biológica se encuentra el propóleo, una sustancia resinosa, gomosa y balsámica, que las abejas obtienen a partir de las yemas y cortezas de algunos árboles. Es utilizada para recubrir las paredes de las colmenas y mantenerlas libres de bacterias, hongos y animales invasores. En otras palabras taponan herméticamente las colmenas. Ha sido utilizada desde hace más de 3000 años por los egipcios y griegos. También fue aplicado por los incas en los cuadros de infecciones febriles y por los franceses en el tratamiento de heridas.

Estudios recientes demuestran el potencial uso del propóleo en medicina, biología y veterinaria por sus propiedades cicatrizantes,

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

antibacterianas, antiinflamatorias, antivirales, y ligeramente analgésicas [3].

La actividad antimicrobiana del propóleo es atribuida a su acción sobre la membrana citoplasmática e inhibición de la motilidad bacteriana y actividad enzimática [4,5]. Se cree que los flavonoides pinocembrina, galangina, pinobanksina, pinobanksina-3-acetato y el *p*-cumarato bencílico actúan sinérgicamente para que el propóleo exhiba la actividad antimicrobiana [6-9]. El ácido caféico es uno de los compuestos que intervienen en la actividad del propóleo contra *Staphylococcus aureus*, *Proteus vulgaris*, *Mycobacterium tuberculosis* y *Helminthosporium sp.* Otras bacterias que son sensibles al propóleo son el *Streptococcus mutans* una de las causantes de la caries dental, el *Bacillus cereus* bar Micoydes, implicado en intoxicaciones alimentarias, *Pseudomonas aeruginosa* presente en las llagas o ulceraciones de personas postradas y *Klebsiella pneumoniae*, otra bacteria resistente a los antibióticos [10,11]. Sin embargo, se han reportado algunos casos de alergia producida por contacto con propóleo [12-14].

En el presente trabajo se evalúan las propiedades antimicrobianas de un extracto etanólico de propóleo y de una película de quitosano-alcohol polivinílico conteniendo dicho extracto.

2. Experimental

Material biológico

Propóleo fue obtenido de apiarios de *Apis mellifera* procedente de Ayacucho - Perú. Las cepas bacterianas utilizadas fueron: *Staphylococcus aureus* ATCC 25923, *Escherichia coli* ATCC 25922, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853.

Extracto etanólico de propóleo

Se pesó 20 g de propóleo en bruto y se añadió 200 mL de alcohol de 96°. Se agitó por 1 hora y se dejó incubando en estufa a 37°C. Al día siguiente y durante 7 días, se agitó por media hora. Luego se colocó el frasco en la nevera por 4 horas y se filtró. El filtrado se dejó evaporar a temperatura ambiente, se centrifugó para eliminar restos de cera y se almacenó en un frasco de vidrio ámbar tapa rosca.

Preparación de hidrogeles de quitosano-PVA conteniendo propóleo

Se prepararon una solución de quitosano al 1% en ácido acético 0,1M y una solución acuosa de PVA al 10%. Se mezclaron estas soluciones en una proporción de 4:6 (quitosano/PVA), se dispensaron en placas petri y se empacaron en bolsas de polietileno para ser irradiadas a 15 kGy [15]. Luego, las películas fueron enjuagadas con agua destilada y secadas a temperatura ambiente durante cuatro días.

Los hidrogeles fueron cortados en dimensiones de 3x4 cm, embebidos en una solución acuosa, hidroalcohólica 1:1 e hidroalcohólica 1:10 de propóleo por 20 minutos. Luego de ser secadas, se cortaron discos de 10 mm de diámetro para su evaluación microbiológica (actividad antimicrobiana). La solución hidroalcohólica fue preparada tomando 1 mL del extracto etanólico de propóleo y diluyéndolo a 10 mL con una solución hidroalcohólica al 10%.

Evaluación de la actividad antimicrobiana

El método utilizado para las pruebas en películas fue de difusión en agar de Kirby-Bauer [16, 17]. Se incubaron las placas con agar Muller Hinton a 37°C por 24h antes de su uso. El inóculo (preparado a una turbidez equivalente a 0,5 de la escala de Mac Farland) fue aplicado sobre la placa con la ayuda de una torunda estéril, cubriendo totalmente la superficie de la placa sin dejar una zona libre. Se dejó secar de 3 a 5 minutos antes de depositar las películas embebidas cortadas en discos de 10 mm de diámetro. Se colocaron los discos sobre el medio sembrado y se añadió por encima de las películas gotitas de agua estéril, para evitar que se arruguen, se incubaron a 37°C por 24 horas. Para la evaluación de la actividad antimicrobiana de las soluciones de propóleo se usó la técnica de excavación placa cultivo. Se excavaron hoyos de 10 mm de diámetro en el medio de cultivo sembrado y se adicionó 50 µL de la solución a estudiar. Se incubaron las placas a 37°C por 24 horas. Como control positivo se utilizó una solución del desinfectante tego.

3. Resultados y Discusión

La extracción etanólica del propóleo bruto permitió la obtención de un líquido amarillo oscuro turbio. La mezcla obtenida fue

filtrada, separándose un sólido ceroso (retenido en el papel filtro) y un filtrado amarillo, figura 1. El espectro UV-visible del extracto de propóleo, diluido en isopropanol (0,5 mL en 30 mL), presentó tres zonas de absorción, con máximos de absorción a 221, 270, 287, 330 y 429 nm, figura 2. La zona del espectro entre 250 y 400 nm es similar al espectro encontrado para una muestra de propóleo de la zona de la Patagonia Norte, en Argentina, excepto por la presencia de la banda 271 nm, figura 3 [18]. En esta referencia, los autores correlacionan la forma de esta zona del espectro UV con el contenido de flavonoides de muestras de propóleos de diferentes regiones de Argentina.



Figura 1: a) Propóleo en bruto y b) extracto líquido de propóleo.

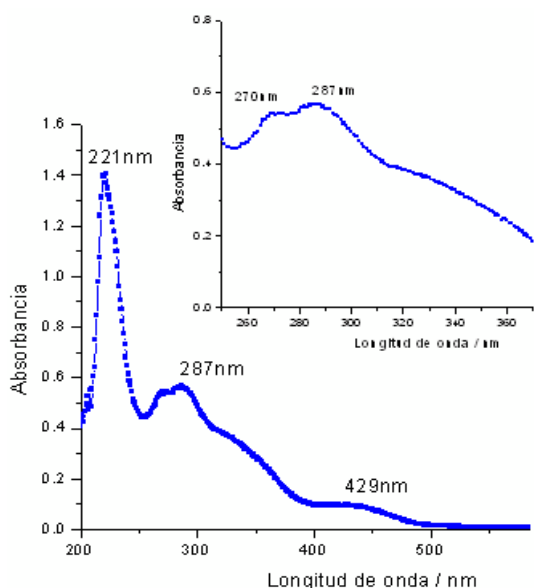


Figura 2: Espectro UV-visible de la solución etanólica de propóleo diluida.

Evaluación de la actividad antimicrobiana

La evaluación de la actividad antimicrobiana de las soluciones hidroalcohólicas (1:10) de propóleo frente a la cepa de *S. aureus* ATCC 25923 muestra un halo con un diámetro de 29mm, figura 4. Este valor es menor si se compara con la cepa *S. aureus* ATCC6338, 19cm. [19]. El desinfectante tego también

muestra un halo de inhibición, indicando que las condiciones experimentales eran las adecuadas.

En el caso de los hidrogeles de quitosano-PVA embebidos en la solución hidroalcohólica de propóleo no se observa la formación de halos de inhibición frente a ninguna de las tres cepas estudiadas, figura 5. Esto se debe probablemente a que los componentes responsables de la actividad antimicrobiana de esta solución quedan fuertemente adheridos a la membrana, impidiendo su difusión en el medio de cultivo. Este comportamiento es completamente diferente al caso de las soluciones hidroalcohólicas de sangre de grado, en las que las membranas embebidas en dichas soluciones exhibían una mayor actividad antimicrobiana [1].

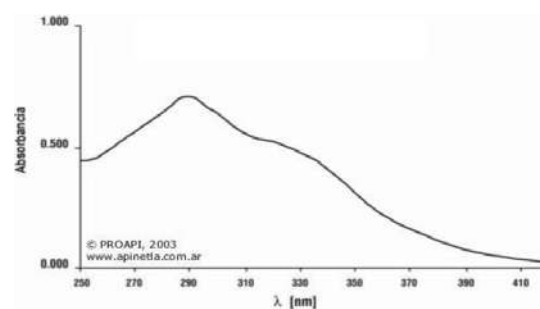


Figura 3: Espectro UV de una solución etanólica de propóleo procedente de la Patagonia Norte [17].

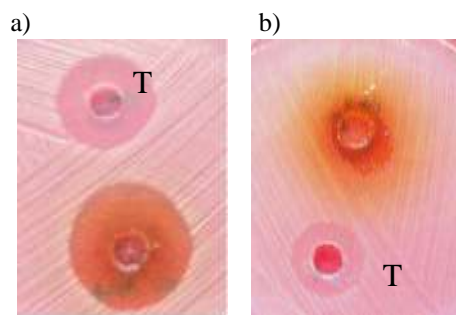


Figura 4: Evaluación de la actividad antimicrobiana de una solución hidroalcohólica 1:10 de propóleo frente a (a) *S. aureus* y (b) *E. coli*, en comparación con el desinfectante tego, T al 1%.

4. Conclusiones

El extracto etanólico de propóleo presenta actividad antimicrobiana frente a *S. aureus* ATCC 25923, inclusive cuando se le diluye en una solución hidroalcohólica al 10%. En cambio, las películas de quitosano-PVA embebidas en la misma solución hidroalcohólica de propóleo no muestran ningún halo de inhibición de crecimiento. De otro lado, todas las muestras ensayadas no

presentaron actividad frente a *E. coli* ni *P. aeruginosa*.

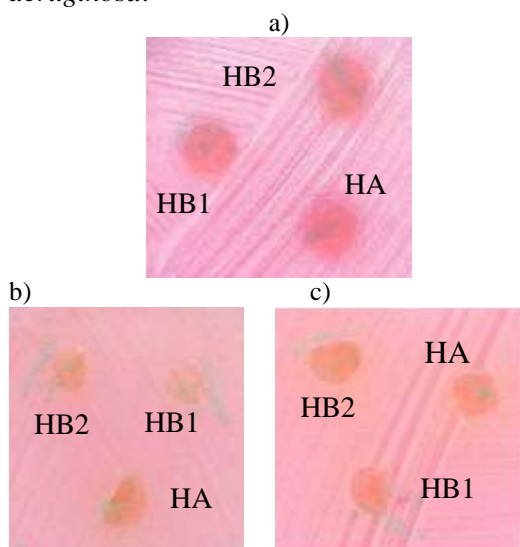


Figura 5: Evaluación de la actividad antimicrobiana de hidrogeles embebidos en una solución acuosa (HA), hidroalcohólica 1:1 (HB1) y 1:10 (HB2), frente a (a) *S. aureus*, (b) *E. coli* y (c) *P. aeruginosa*.

5. Bibliografía

- [1] León K, Santiago J. Propiedades antimicrobianas de películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas en extracto de sangre de grado. *Rev. Soc. Quím. Perú.* 2007; 73:158-165.
- [2] Cortés E, Jayo S. Actividad antioxidante y cicatrizante de una solución hidroalcohólica de *Croton lechleri* (sangre de drago) absorbido en un biopolímero hidrogel de quitosano – PVA. [tesis para optar el grado de Químico Farmacéutico]. Ica: Universidad Nacional San Luis Gonzaga. Facultad de Farmacia y Bioquímica; 2008.
- [3] Bankova V, De Castro S, Marcucci M. Propolis: recent advances in chemistry and plant origin. *Apidologie.* 2000; 31:3-15.
- [4] Mirzoeva O, Grishanin R, Colder P. Antimicrobial action of propolis and some of its components: the effect on growth, membrane potential and motility of bacteria. *Microbiol. Res.* 1997; 152:239–246.
- [5] Drago L, Mombelli B, *et al.* In vitro antimicrobial activity of propolis dry extract. *J. Chemother.* 2000; 12:390-395.
- [6] Burdock G. Review of the biological properties and toxicity of bee propolis (propolis). *Food Chem. Toxicol.* 1998; 36: 347-363.
- [7] Krol W, Scheller S, Shani J, Pietsz G, Czuba Z. Synergistic effect of ethanolic extract of propolis and antibiotics on the

growth of *Staphylococcus aureus*. *Arzneimittel forschung.* 1993; 43:607-609.

- [8] Stepanovic S, Antic N, *et al.* In vitro antimicrobial activity of propolis and synergism between propolis and antimicrobial drugs. *Microbiol. Res.* 2003; 158:353-57.
- [9] Santos F, Bastos E, Uzeda M, *et al.* Antibacterial activity of Brazilian propolis and fractions against oral anaerobic bacteria. *J. Ethnopharm.* 2002; 80:1-7.
- [10] Hegazi A, Abd El Hady F, Abd Allah F. Chemical composition and antimicrobial activity of European propolis. *Z. Naturforsch. [C].* 2000; 55:70-75.
- [11] Tolosa L, Cañizares E. Obtención, caracterización y evaluación de la actividad antimicrobiana de extractos de propóleos de Campeche. *Ars Pharmaceutica.* 2002; 43:37-55.
- [12] Callejo A, Armentia A, *et al.* Propolis, a new bee-related allergen. *Allergy.* 2001; 56:579.
- [13] Henschel R, Agathos M, Breit R. Occupational contact dermatitis from propolis, *Contact Dermatitis.* 2002; 47:52.
- [14] Lasa O, Gorrotxategi P, *et al.* Dermatitis alérgica de contacto por propóleo, *Med. Cutan. Iber. Latin Am.* 2006; 34: 117-119.
- [15] Carhuapoma W, Santiago J. Preparación de hidrogeles de quitosano-PVA por radiación gamma, *Rev. Soc. Quím. Perú.* 2005; 71:185-192.
- [16] Lalitha MK. Manual on Antimicrobial Susceptibility Testing. [monografía en Internet]. Christian Medical College. Vellore, Tamil Nadu. India. Disponible en: <http://www.ijmm.org/documents/Antimicrobial.doc>
- [17] National Committee for Clinical Laboratory Standards. (1975). *Performance Standards for Antimicrobial Disk Susceptibility Tests; Approved Standard M2-A7 ASM-2.* NCCLS, Villanova, PA.
- [18] Bedascarrasbure E, Maldonado L, Alvarez A, Rodríguez E. Contenido de flavonoides en propóleos argentinos. [monografía en Internet]. ApiNetLA: Red Apícola Latinoamericana. Disponible en: <http://www.apinetla.com.ar>
- [19] Delgado M, Quijano E, Pérez I, Quintero E, Catzín G. Actividad antimicrobiana del propóleo recolectado por *Apis mellifera* y *Melipona beecheii* B. en el estado de Yucatán. [monografía en Internet]. Disponible en: http://www.mexicoapicola.org/contenido/Actividad%20Antimicrobiana_Delgado.pdf

Tratamiento de quemaduras con películas obtenidas por radiación gamma conteniendo sangre de grado. Reporte Preliminar

Nancy Rojas¹, Kety León², Eglinton Villacaqui³, Julio Santiago^{2,4,*}

¹ Facultad de Medicina de San Fernando, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Grau 755, Lima 1, Perú

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

³ Facultad de Medicina Veterinaria, Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Av. Circunvalación Cdra. 28 s/n, Lima 41, Perú

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

Resumen

Se han provocado quemaduras en conejos para evaluar la actividad cicatrizante de películas de quitosano-alcohol polivinílico, obtenidos por radiación gamma y embebidas en solución hidroalcohólica de sangre de grado (*Croton lechleri*). La cicatrización de las heridas fue monitoreada durante 21 días. Las heridas tratadas con películas embebidas en la solución de sangre de grado presentan una cicatrización más rápida en comparación con la película sin embeber. Se utilizó como control una quemadura tratada con furacina, la que mostró una cicatrización mucho más lenta que en los casos tratados con las películas.

Abstract

Burns in rabbits have been caused to evaluate the healing activity of chitosan-poly(vinyl alcohol) films, obtained by gamma radiation and imbibed in hydroalcoholic solution of dragon's blood (*Croton lechleri*). The healing of the wounds was monitored during 21 days. The wounds treated with films containing dragon's blood extract exhibit a faster healing in comparison with the film without this extract. A burn treated with furacine was used as control. In this case the healing was slowly than in the burns treated with the films.

1. Introducción

La curación de quemaduras es un proceso complejo. En casos con distorsión severa del tejido, el proceso curativo puede no conducir a la restauración total (morfológica y funcional) de la piel, sino a la formación de tejido conectivo desorientado con apariencia fibrosa. Esta arquitectura anormal del tejido reduce su elasticidad natural y conduce a la formación de cicatrices [1].

Los biomateriales pueden contribuir a la reconstrucción fisiológica apropiada de la piel y reducir o prevenir la formación de cicatrices. Para el tratamiento de heridas de quemaduras graves se suelen emplear películas obtenidas a partir de piel de cadáver (homoinjertos), piel porcina (xenoinjerto) y membrana amniótica humana [2-3]. Sin embargo, la tendencia actual es utilizar materiales que, además de poseer propiedades similares a la piel normal (no poseer toxinas, proporcionar un ambiente que prevenga la resequecedad de la herida, reducir la penetración de bacterias, evitar pérdidas de

calor, agua, proteínas y glóbulos rojos), promuevan una rápida cicatrización. Así, se han desarrollado diferentes materiales, en forma de esponjas o películas, que contienen medicamentos, nutrientes y biomoléculas con diferentes grados de éxito [4].

Los recubrimientos con hidrogeles (materiales poliméricos entrecruzados en forma de red tridimensional) están considerados entre los más avanzados para el tratamiento de heridas de difícil cicatrización (quemaduras graves y extendidas, úlceras faciales), porque ayudan a mantener la zona afectada con una adecuada humedad, facilitan el debridamiento autolítico y actúan como una barrera eficaz para evitar que las bacterias ambientales infecten la herida. Estas películas tienen la capacidad de absorber una gran cantidad de agua y cualquier sustancia disuelta en ella. De esta manera, es posible introducir en los hidrogeles aditivos con reconocida actividad biológica para acelerar la cicatrización de las heridas [5].

* Correspondencia autor: jsantiago@ipen.gob.pe

Entre los polímeros más utilizados para la preparación de hidrogeles para el tratamiento de quemaduras tenemos el quitosano y el alcohol polivinílico (PVA) debido a su biocompatibilidad, biodegradabilidad e inocuidad [6, 7]. La formación de hidrogeles a partir de quitosano y PVA puede realizarse por métodos físicos o químicos. Los agentes químicos utilizados para el entrecruzamiento de las cadenas poliméricas son principalmente el glutaraldehído y la genipita (un compuesto natural). Entre los métodos físicos se puede mencionar el de enfriamiento-calentamiento, y el que utiliza la radiación gamma. De todos ellos, el que mejor se presta para la obtención de películas para aplicaciones biomédicas es el método de entrecruzamiento por radiación gamma, tanto por la estabilidad mecánica, grado de hinchamiento y por la ausencia de residuos tóxicos [8].

Para incrementar las propiedades biológicas de las películas de quitosano-PVA se ha introducido un extracto obtenido del látex de la sangre de grado (*Croton lechleri*) debido a sus reconocidas propiedades biológicas [9]. Este látex es muy utilizado en la medicina tradicional, entre otras aplicaciones, como cicatrizante de heridas internas y externas. Se considera que la taspina, un alcaloide, en sinergia con las proantocianidinas y polifenoles coadyuva al efecto cicatrizante general de la resina, provocando la precipitación de las proteínas de las células, formándose una costra que cubre la herida. Adicionalmente, el látex de sangre de grado presenta actividad antimicrobiana frente a gram-positivos (*S. aureus* y *S. epidermidis*) y gram-negativos (*Pseudomonas* y *Klebsiela*). Igualmente, se ha encontrado que la sangre de grado inhibe el crecimiento de *Helicobacter pylori* en concentraciones elevadas, presentando además toxicidad [10].

Los experimentos realizados *in vitro* muestran que la actividad antimicrobiana de las películas de quitosano-PVA embebidas en una solución hidroalcohólica de sangre grado presenta actividad frente a *S. aureus*, con una concentración mínima inhibitoria de 0,025g/10mL.

Asimismo, las pruebas *in vivo* de la actividad cicatrizante de las películas muestran claramente que las películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas con sangre de grado promueven una rápida cicatrización de heridas producidas por cortes en ratones. En

efecto, estas películas mostraron una cicatrización más rápida que una crema comercial de reconocida acción cicatrizante. Además, la capacidad cicatrizante *in vivo* de las películas embebidas es mayor a la del látex de sangre de grado, que a su vez es mejor que la película sin sangre de grado [11]. En este artículo, se presentan los resultados preliminares obtenidos en el tratamiento de quemaduras utilizando películas de quitosano-PVA embebidas en un extracto hidroalcohólico de sangre de grado. Para determinar el efecto del extracto hidroalcohólico de sangre de grado también se evaluaron las películas sin este extracto y como control se utilizó la furacina, crema comercial.

2. Experimental

Preparación del material biológico

Se trabajó con conejos hembras, especie *Orytolagus cuniculus* (Linnaeus, 1758), raza New Zealand, de 4 meses de edad con un peso aproximado de 2,5 a 3 kg, las que fueron mantenidas en un bioterio bajo condiciones estándar para su adaptación. Se cortó el pelaje del lomo de los animales con un área aproximada de 15x10 cm, con ayuda de una tijera, para su posterior rasurado.

Se anestesiaron a los animales utilizando 0,8mL de Ketamina (25mg/kg) por vía intramuscular y como anestésico local 0,8 mL de Lidocaína (1%) por vía subcutánea en puntos cercanos a las zonas donde se provocarían las quemaduras.

Se provocaron cuatro quemaduras sobre el lomo de los conejos utilizando un dispositivo eléctrico, con una superficie de aluminio que se calentó a 120°C, éste se aplicó sobre la piel por 15 segundos, quemando un área de 1cm².

Preparación de las películas de quitosano-PVA

La preparación de los hidrogeles de quitosano-PVA se realizó según el procedimiento ya descrito [9]. Para el tratamiento de las quemaduras se acondicionaron las películas de la siguiente manera: a) películas recién irradiadas, enjuagadas y embebidas con un extracto hidroalcohólico de sangre de grado, película A; b) películas irradiadas, enjuagadas, secadas y embebidas en un extracto de sangre de grado, película B; películas recién

irradiadas y enjuagadas, película C, utilizada como control.

Tratamiento de las quemaduras

Sobre las cuatro quemaduras hechas en los conejos se colocó una película de cada tipo, A, B y C. En la cuarta quemadura se colocó furacina como control. Sobre cada una se colocó gasa y esparadrapo para evitar que se desprendan. Se controló todos los días removiendo y cambiando los geles cuando fuera necesario. Las biopsias se tomaron a los 7 y 14 días, se realizó la biopsia con Punch de 3mm de diámetro. Las biopsias fueron fijadas con una solución de formol neutro al 10%, incluido en parafina y se cortó a 5 micrómetros. Se coloreó con hematoxilina-eosina y tricrómico de Masson [12].

3. Resultados y Discusión

Inicialmente, las quemaduras tenían el aspecto de un cuadrado blanquecino que contrasta con la piel rosada del conejo. Durante los primeros días no muestra cambios aparentes en la superficie, a partir del día 6 se observa una pequeña separación en el límite entre la zona quemada y la piel sana; lo cual demuestra el inicio de la retracción de tejido necrosado. A los 7 días de iniciado el tratamiento se observó que los bordes de las heridas tratadas con las películas embebidas con sangre de grado empezaron a contraerse. Las heridas tratadas con películas sin embeber presentan un aspecto húmedo que demora en cicatrizar. En el caso de la zona tratada con furacina se encuentra húmeda y con los bordes enrojecidos, figura 1.

Las observaciones efectuadas a los 14 días muestran un gran avance en la cicatrización de las heridas tratadas con las películas A y B. La herida tratada con la película A está prácticamente cerrada, la separación de los bordes es notoria con presencia de un coagulo seco. La cicatrización de las heridas progresan en el siguiente orden, de mayor a menor: película A > película B > película C > furacina.

A los 21 días se observó una cicatrización completa de las heridas tratadas con las películas A y B, observándose crecimiento de pelaje. La herida tratada con la película C presenta una cicatrización casi completa pero ya muestra crecimiento de pelaje. En cambio, la herida tratada con furacina aún mantiene su costra.

Las películas A y C recientemente irradiadas, presentan una mayor adherencia a la piel debido a un mayor contenido de agua en las películas, la cual ayuda a aminorar la temperatura de la zona quemada y aliviar el dolor. Esto puede explicar, en parte, el mejor resultado obtenido con la película A, ya que los componentes del extracto de sangre de grado se encuentran en íntimo contacto con la piel posibilitando una mayor interacción, y por consiguiente un mayor efecto cicatrizante.

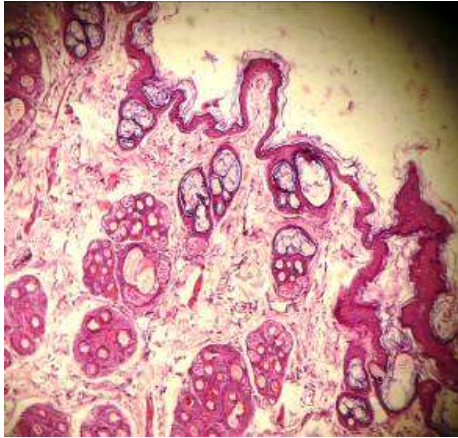
No se observaron infecciones en las zonas quemadas tratadas con las películas durante los 21 días de estudio. Esto se explica por el hecho comprobado que estas películas actúan como barrera y protección frente a microorganismo y otros agentes externos. En cambio, en un caso se observó una cierta infección en la zona tratada con furacina.



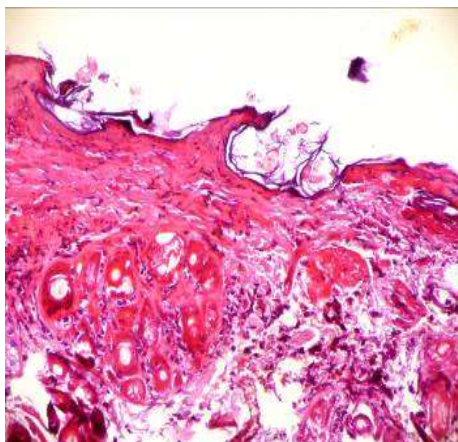
Figura 1: Fotografías de las zonas quemadas en conejos, tratadas con las películas A, B y C, y furacina. Se muestra el avance logrado a lo largo de tres semanas.

El análisis de los cortes histológicos, de las biopsias de las zonas quemadas, muestran que la zona tratada con la película A inicia el proceso de epitelización a los 7 días. Este proceso se muestra muy avanzado a los 14 días, figura 2.

a)



b)



c)

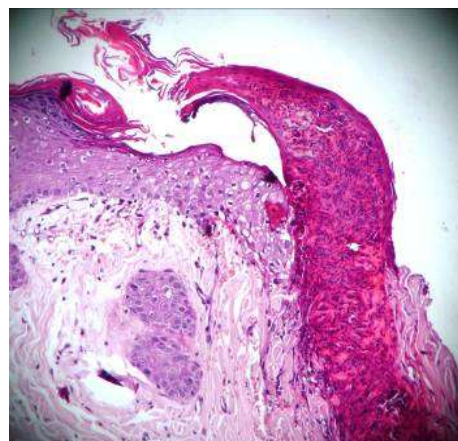


Figura 2: a) biopsia de piel normal de conejo, b) a los 7 días y c) a los 14 días de tratamiento de las quemaduras con películas A, embebidas con sangre de grado. Aumento 5x.

Por otra parte, en las biopsias de las zonas quemadas tratadas con la película B, a los 7 días se observa la coagulación e inflamación aguda de toda la zona biopsiada. Luego de 14 días, se observa la epitelización completa sin pérdida de la zona del coágulo.

En las zonas quemadas y tratadas con la película C, sin sangre de grado, es evidente la presencia del coágulo con neovascularización observada en los cortes histológicos de la biopsia al día 7. En la biopsia a los 14 días, la fase inflamatoria todavía persiste en un área mayor que en los dos casos anteriores.

Con respecto al tratamiento con furacina, en los cortes histológicos correspondiente a la biopsia realizada a los 7 días de tratamiento, observamos que la zona de necrosis celular se mantiene hasta después del día 14 pero se puede notar en la última biopsia microvascularización y tejido de granulación.

4. Conclusiones

Las películas de quitosano-alcohol polivinílico, obtenidos por radiación gamma y embebidas en solución hidroalcohólica de sangre de grado (*Croton lechleri*) son materiales promisorios para el tratamiento de quemaduras. Las heridas tratadas con películas embebidas en un extracto hidroalcohólico de sangre de grado presentan una cicatrización más rápida en comparación con la película sin embeber o quemaduras tratadas con furacina.

5. Bibliografía

- [1] Williamson D, Harding K. Wound healing. *Medicine*. 2004; 32:4-7.
- [2] Guerrero L, Ferro M. Experiencia del Banco Nacional de Piel con pacientes quemados. *Revista Colombiana de Cirugía Plástica y Reconstructiva*. 2002; 8:9-15.
- [3] Kamolz L, Kitzinger H, Andel H, Frey M. The surgical treatment of acute burns. *European Surgery*. 2006; 38:417-423.
- [4] Ran K, Chang Y. Preparation and Characterization by Radiation of Hydrogels of PVA and PVP Containing *Aloe Vera*. *Journal of Applied Polymer Science*. 2004; 91:1612-1618.
- [5] Queen D, Coutts P, Fierheller M, Sibbald R. The Use of a Novel Oxygenating Hydrogel Dressing in the Treatment of Different Chronic Wounds. *Advances in Skin & Wound Care*. 2007; 20(4):200-207.
- [6] Ishihara M, Ono K, Sato M, Nakanishi K, Saito Y, Yura H, Matsui T, Hattori H, Fujita M, Kikuchi M, Kurita A. Acceleration of wound contraction and healing with a

photocrosslinkable chitosan hydrogel. *Wound-Repair-Regen.* 2001; 9(6):513-521.

[7] Varshney L. Role of natural polysaccharides in radiation formation of PVA-hydrogel wound dressing. *Nuclear Instruments & Methods in Physics Research. Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms.* 2007; 255:343-349.

[8] Chowdhury M, Alam A, Dafader N, Haque M, Akhtar F, Ahmed M, Rashid H, Begum R. Radiation processed hydrogel of poly (vinyl alcohol) with biodegradable polysaccharides. *Bio-Medical Materials and Engineering.* 2006; 16:223-228.

[9] León K, Santiago J. Propiedades antimicrobianas de películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas en extracto de sangre de grado. *Rev. Soc. Quím. Perú.* 2007; 73:158-165.

[10] Tamariz J, Capcha R, Palomino E, Aguilar J. Actividad antibacteriana de la Sangre de Grado (*Croton lechleri*) frente al *Helicobacter pylori*. *Revista Medica Herediana.* 2003; 14:81-88.

[11] Cortés E, Jayo S. Actividad antioxidante y cicatrizante de una solución hidroalcohólica de *Croton lechleri* (Sangre de drago) absorbido en un biopolímero (hidrogel de quitosano) [tesis]. Ica: Universidad Nacional San Luis Gonzaga, Facultad de Farmacia y Bioquímica; 2008.

[12] Sezer A, Hatipoğlu F, Cevher E, Oğurtan Z, Baş A, Akbuğa J. Chitosan Film Containing Fucoidan as a Wound Dressing for Dermal Burn Healing: Preparation and In Vitro/In Vivo Evaluation. *AAPS PharmSciTech.* 2007; 8: E1-E8.

Esterilización mediante radiación gamma de un extracto liofilizado de placenta humana. Reporte Preliminar

Emma Castro^{1,*}, Nohemí Ticona³, Marco Linares²

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos (LIPM), Dirección General de Investigación y Desarrollo Tecnológico, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación (LI), Dirección de Aplicaciones, Dirección General de Seguridad Radiológica, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Facultad de Odontología, Universidad Nacional Federico Villarreal, Calle San Marcos 351, Lima 21, Perú

Resumen

En la práctica odontológica, la hemostasia quirúrgica debe tenerse en cuenta durante el acto operatorio, porque accidentalmente puede provocarse hemorragia. Para el control del sangrado son muy útiles agentes hemostáticos. El factor tisular (FT) es una glicoproteína que participa activamente en la formación del coágulo lo que lo convierte en un potencial hemostático. La placenta humana es un órgano muy rico en FT, a partir de la cual, éste puede ser extraído. El proceso de procuración de las placentas humanas, la extracción del extracto así como la aplicación de un método de preservación hacen necesario que el extracto de placenta se deba someter a un agente esterilizante. La radiación gamma, proveniente del Cobalto-60 es un método eficaz para esterilizar productos médicos y materiales biológicos. El propósito de este estudio preliminar es evaluar la factibilidad de que un extracto de placenta liofilizado pueda ser esterilizado por radiación gamma, manteniendo sus propiedades. Se realizaron ensayos dosimétricos y se irradiaron muestras del extracto de placenta liofilizado. Se llevaron a cabo pruebas microbiológicas, organolépticas y hemostáticas en las muestras irradiadas y sin irradiar. Los resultados de las pruebas fueron comparados, demostrándose que es posible aplicar la radiación gamma para la esterilización del extracto de placenta.

Abstract

In odontological practice while performing operatory procedures, surgical haemostasis must be considered. In controlling accidentally produced bleeding, haemostatic agents are very useful. Tissue Factor (TF) is a glycoprotein that actively participates in clot formation, for this it can be considered as a potential haemostatic agent. TF can be extracted from human placenta, as this organ is very rich in TF. Procurement of human placentae, TF extraction process as well as preservation procedures applied could make necessary that the placental extract so obtained, should need for a sterilizing process. Gamma radiation from Co-60 is an efficient agent for sterilizing biological and medical products. The purpose of this preliminary study is to verify the feasibility that a human lyophilized placental extract could be sterilized by gamma radiation maintaining its properties. Dosimetric assays and irradiation of extract samples were performed. Microbiological, organoleptic and hemostatic tests on irradiated and non irradiated samples were also performed. Tests results were compared and the feasibility of sterilizing of this placental extract through gamma radiation was proven.

1. Introducción

En la práctica odontológica, al aplicar procedimientos quirúrgicos, se puede activar el sistema hemostático de los pacientes. El sistema hemostático es el conjunto de mecanismos fisiológicos en defensa del organismo. Tiene como propósito evitar la hemorragia, mantener la integridad así como la permeabilidad del sistema circulatorio [1,2].

La hemostasia puede ser considerada en su aspecto espontáneo o bien desde el punto de

vista de la técnica quirúrgica. La hemostasia espontánea se define como el conjunto de procesos biológicos, precisamente integrados, cuya finalidad es conseguir que la sangre se mantenga dentro del sistema vascular, mientras que la hemostasia quirúrgica agrupa todos los procedimientos técnicos que el acto operatorio [3]. En este último caso, son de gran utilidad agentes hemostáticos.

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

cirujano emplea para controlar la hemorragia que se produce accidentalmente o durante el

Mediante un mecanismo complejo se forma el coágulo y en el proceso participan los 13 factores de coagulación [4], entre ellos el factor tisular (FT), conocido también como tromboplastina o Factor III de coagulación. El FT es una glicoproteína de membrana que inicia el mecanismo de coagulación de la sangre mediante la vía extrínseca. La placenta, el cerebro y los pulmones son tejidos muy ricos en FT. Los extractos de tromboplastina a partir de estos órganos son utilizados en pruebas clínicas de laboratorio *in vitro* para la evaluación de los tiempos de coagulación de la sangre de pacientes con trastornos de la hemostasia [5]. Por otro lado, se reconoce la función hemostática de los extractos de FT [6].

El FT se puede extraer de placenta humana y para su conservación se puede liofilizar. El proceso de procuración de las placentas humanas, la extracción del extracto así como su liofilización hacen necesario que el extracto de placenta se deba someter a un método de esterilización, el mismo que no debe dañar su propiedades. La radiación gamma, proveniente del Cobalto-60 es un método eficaz para esterilizar productos médicos y materiales biológicos [7] y su aplicación está normada [8, 9,10].

Previa determinación de la dosis de esterilización de productos médicos o tejidos biológicos es necesario llevar a cabo el proceso de calificación del producto, que consiste en verificar las propiedades del producto y su empaque aplicando diferentes dosis de irradiación, de modo que se asegure que es factible aplicar la radiación gamma sin disminuir la performance y calidad del producto.

Así, el propósito de este estudio preliminar es efectuar el procesode calificación del producto, en un extracto de placenta liofilizado, para determinar su factibilidad de ser esterilizado por radiación gamma, para luego aplicar la norma correspondiente para su esterilización.

No se tiene información previa sobre trabajos referentes a la irradiación gamma de extractos de placenta humana liofilizados, si bien, en la bibliografía se encuentran diversos trabajos sobre irradiación de amnios, parte estructural de la placenta [11].

Finalmente, este trabajo guarda relación con las investigaciones que en la actualidad se están llevando a cabo en IPEN, sobre materiales biológicos para uso quirúrgico.

2. Metodología

Se trabajó con un extracto de placenta humana, liofilizado, el mismo que fue preparado en la Facultad de Farmacia y Bioquímica de la Universidad Mayor de San Marcos (UNMSM) y liofilizado en la Facultad de Medicina de la UMSM.

La cantidad de unidades con la que se realizó este estudio, las mismas que estaban envasadas en viales de polietileno de baja densidad, fue de 60 viales, los que contenían 0,1 g por unidad de producto.



Figura 1. Unidad de Producto empacada.

A continuación se describen las pruebas, actividades, equipos, materiales y medios de cultivo utilizados en este estudio.

2.1 Dosimetría e irradiación de las muestras

Las técnicas dosimétricas utilizadas para el mapeo de las dosis en la cámara de irradiación así como para medir las dosis absorbidas por el producto fueron Fricke como referencia [12], y el Etanol Clorobenceno (ECB) [13], como rutina. Se trabajó con una muestra compuesta por 12 viales para cada dosis con extracto de placenta, además se trabajo con un fantomas haciendo un peso total de 1 200g, con una densidad aparente en la cámara de irradiación de 0,340 g/cc.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canadá, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 12 546 Ci al 18 de julio del 2007, donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV

VIS, Lambda 2, donde se llevaron a cabo las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. A modo de control, durante la irradiación se colocaron con la muestra, dosímetros de etanol clorobenceno cuya conductividad luego de irradiados, se midió en el Oscilóttrator/TRIEM. Las muestras se irradiaron a las dosis de 5, 10, 15 y 25 kGy.

2.2 Pruebas microbiológicas

Las pruebas que se realizaron incluyeron el recuento total de microorganismos mesófilos en las muestras no irradiadas y esterilidad en las muestras tratadas con radiación gamma.

Los equipos que se utilizaron para la realización de estas pruebas fueron: Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo que se utilizaron fueron: Caldo Casoy, Agar Plate Count, Caldo Tioglicolato, todos productos Merck.

Los ensayos se realizaron según la norma ISO 11737-1 1995 [14]. y la US Pharmacopea [15].

2.3 Pruebas hemostáticas

Estas pruebas se realizaron *in vitro*, utilizando el método de Lee-White, que consiste en la evaluación del tiempo de coagulación en 1 ml de sangre de pacientes voluntarios.

Los materiales y equipos utilizados fueron: tubos de ensayo, jeringas hipodérmicas de 5 ml; Baño María HumAqua 5, con un rango de temperatura hasta 80°C, digital y con termómetro programado a una temperatura constante de 37°C. Para registrar los tiempos de coagulación se utilizó un cronómetro.

Se trabajó con 12 pacientes, 3 individuos por dosis. Las muestras examinadas fueron aquellas tratadas a 0, 10, 15 y 25 kGy.

Se extrajo la sangre de los pacientes con jeringas hipodérmicas y se colocó 1 ml de sangre en cada tubo de ensayo, el que inmediatamente se colocó en baño maría. Se enfrentó la sangre con las muestras del extracto irradiadas a la dosis de 0, 10, 15 y 25 kGy. Se evaluó el tiempo de coagulación de la sangre con un cronómetro, a intervalos de 30s. Los tiempos de coagulación obtenidos

fueron comparados con el tiempo de coagulación del grupo control, es decir, de las muestras de sangre sin extracto de placenta.

2.4 Características organolépticas

Por el método visual se observó la apariencia, color, así como el olor de todas las muestras, irradiadas y el control, para determinar variaciones en sus características físicas.

3. Discusión de Resultados

3.1 Resultados

En lo que se refiere a las pruebas dosimétricas, los resultados fueron los siguientes, en aire el valor de la tasa de dosis fue de $11,5019 \pm 0,03328$ kGy/h siendo el error de 0,61866% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canada. (Tabla N° 1).

Tabla 1: Estadística de la regresión para la dosimetría fricke en aire.

| Tiempo (s) | Dosis (kGy) |
|--|-------------|
| 15 | 0.06190 |
| 25 | 0.09395 |
| 35 | 0.12571 |
| 45 | 0.15785 |
| 55 | 0.18970 |
| Estadísticas de la regresión | |
| Coefficiente de correlación múltiple | 0.99999876 |
| Coefficiente de determinación R ² | 0.99999752 |
| R ² ajustado | 0.99999669 |
| Error típico | 9.1864E-05 |
| Observaciones | 5 |
| Coefficientes | |
| Intercepción | 0.01399702 |
| Variable X 1 | 0.00319497 |

El mapeo de la dosis del producto en la cámara de irradiación determinó una tasa de dosis mínima de 8,2567 kGy/h y una tasa dosis máxima de 13,966 kGy/h. (Tabla N° 2).

La uniformidad de dosis hallada fue de 1,69154, valor dentro del rango esperado para el equipo de irradiación y el peso del producto. La lectura del dosímetro de etanol clorobenceno, colocado en el sitio de dosis mínima al irradiar las muestras a 5 kGy, indicó variaciones menores al 6%.

Tabla 2: Estadística de la regresión para la dosimetría fricke en el producto.

| TIEMPO [s] | Dosis mínima | Dosis máxima |
|--|--------------|--------------|
| 20 | 0.05334 | 0.09756 |
| 30 | 0.07731 | 0.13407 |
| 40 | 0.10041 | 0.17373 |
| 50 | 0.12209 | 0.21338 |
| 60 | 0.14919 | 0.25189 |
| <i>Estadísticas de la regresión para la Dosis Mínima</i> | | |
| Coeficiente de correlación múltiple | | 0.9994279 |
| Coeficiente de determinación R ² | | 0.9988562 |
| R ² ajustado | | 0.9984749 |
| Error típico | | 0.0014611 |
| Observaciones | | 5 |
| <i>Coefficientes</i> | | |
| Intercepción | | 0.0058765 |
| Variable X 1 (Min) | | 0.0023649 |
| <i>Estadísticas de la regresión para la Dosis Máxima</i> | | |
| Coeficiente de correlación múltiple | | 0.999899453 |
| Coeficiente de determinación R ² | | 0.999798916 |
| R ² ajustado | | 0.999731888 |
| Error típico | | 0.001004523 |
| Observaciones | | 5 |
| <i>Coefficientes</i> | | |
| Intercepción | | 0.018941622 |
| Variable X 2 (Max) | | 0.003879609 |

En lo que respecta a las pruebas microbiológicas, los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3: Pruebas microbiológicas en extracto de placenta liofilizado e irradiado.

| Prueba | Dosis[kGy] | | | | |
|--|---------------------|------|------|------|------|
| | 0 | 5 | 10 | 15 | 25 |
| Recuento Total Microorganismos [UFC/g] | 11x 10 ⁷ | -- | -- | -- | -- |
| Esterilidad | -- | P.E. | P.E. | P.E. | P.E. |

P.E.: Producto Estéril

Los resultados de la prueba hemostática, se observan en el Tabla 4.

Tabla 4: Comparación de tiempos de coagulación de muestras de sangre estudiadas; irradiadas, sin irradiar y sin extracto de placenta (Método Lee-White).

| Muestra | Rango de Tiempo de Coagulación [minutos] |
|------------------------|--|
| Control (sin extracto) | 6.00 - 6.66 |
| 0 kGy | 2.66 - 3.33 |
| 10 kGy | 2.83 - 3.50 |
| 15 kGy | 3.00 - 3.33 |
| 25 kGy | 3.00 - 3.50 |

En las Figura 2a, se observa que el tubo con el extracto de placenta humana liofilizado (flecha) coagula con mayor rapidez que el tubo control en baño maría.

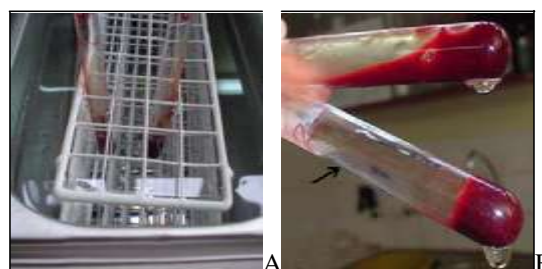


Figura 2: a) Tubos en Baño María a 37°C. b) Coagulación de la Sangre en tubos con extracto y sin extracto de placenta.

En lo referente a las características organolépticas, en la Figura 2b, se aprecia que no hubo cambio de color en las muestras con respecto al control no irradiado y el olor se mantuvo similar al control.



Figura 3: Extracto de Placenta Liofilizado e Irradiado a 0, 5, 10, 15 y 25 kGy.

En la Figura 3 se observa que el material de empaque irradiado a 25 kGy no presenta cambios significativos con respecto al no irradiado. Esto concuerda con la bibliografía sobre materiales de empaque y radiación, que estipula que la estabilidad del polietileno frente a la radiación gamma es excelente [8].

4. Conclusiones

- Las pruebas dosimétricas permitieron aplicar dosis exactas de manera precisa y segura al producto con una uniformidad de dosis de 1,69154.
- Si bien el producto presentaba una carga microbiana muy elevada, se observa que los microorganismos presentes eran sensibles a la radiación gamma.
- A la dosis de 5 kGy, aparentemente se logra la esterilización del producto, sin embargo este valor solo es referencial, puesto que no se ha tenido en cuenta el SAL de 10⁻⁶.
- El tiempo de coagulación de la muestra control es mayor que los tiempos de

coagulación de las muestras con extracto ya sea irradiado o sin irradiar, por lo que pareciera que la radiación no altera las propiedades hemostáticas del extracto de placenta.

- No se observa diferencia significativa entre los tiempos de coagulación de las muestras de sangre con extracto de placenta irradiado a diferentes dosis.

- La apariencia, color y olor de las muestras del extracto de placenta liofilizadoe irradiado, incluso a la dosis de 25 kGy, no presentan variaciones significativas con respecto al control.

- La dosis de 25 kGy no afecta al material de empaque.

- El extracto de placenta podría esterilizarse por radiación gamma si la carga microbiana en el producto final, es decir luego de liofilizado, disminuyera a los valores indicados por la norma.

5. Recomendaciones

- Optimizar el procesamiento del extracto de placenta, tanto durante su extracción como en su liofilización para disminuir la carga microbiana y poder aplicar la norma vigente para la determinación de la dosis de esterilización.

- Irradiar muestras a dosis mayores de 25 kGy y evaluar la performance del producto y su empaque.

- Determinar el contenido de humedad en el extracto de placenta liofilizado irradiado y sin irradiar.

- Realizar pruebas físico-químicas en el extracto de placenta para conocer con mayor detalle el efecto de la radiación gamma en el producto. Estas pruebas pueden ser: determinación de proteínas, espectros FT-IR, UV, etc.

6. Bibliografía

[1] Mckenzie S. Hematología Clínica. México: El Manual Moderno; 2000.

[2] Vélez A, Rojas W, Borrero R, Restrepo J. Fundamentos de Medicina. Hematología. España: Reverté; 1994.

[3] Cirugest. [homepage Internet]. Disponible en: www.cirugest.com/html/revisiones/cir01

[4] Gillian Pocock G, Richards, C. Fisiología humana: La base de la Medicina. 2da ed. Editorial Masson; 2005.

[5] Pérez Ruíz AO, *et al.* Estudio de los factores endoteliales protrombóticos. Rev. Cubana Invest. Biomed. 1997;16(2):140-143.

[6] US Patent 5017556. Treatment of bleeding disorders using lipid-free tissue factor protein. US Patent Issued on may 21, 1991.

[7] Castro E. Aplicación del código de práctica del OIEA para la validación de la dosis de esterilización por radiación gamma en aloinjertos de hueso. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima, Perú; 2007. p. 269-274.

[8] ISO 11137:1995. Sterilization of Health Care Products - Requirements for Validation and Routine Control – Radiation Sterilization.

[9] Code of Practice for the Radiation Sterilization of Tissue Allografts: Requirements for Validation and Routine Control. Boston, USA 2002.

[10] ISO/TS 13409:2002. Sterilization of health care products - Radiation sterilization - Substantiation of 25 kGy as a sterilization dose for small or infrequent production batches.

[11] Aziz Nather, *et al.* The scientific basis of tissue trasplantation, Advances on tissue banking. World Scientific 2001.

[12] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.

[13] Norma ASTM 51538:2002 (E) “Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System”.

[14] ISO 11737-1 1995 Sterilization of Medical Devices – Microbiological Methods – Part 1: Estimation of Populations of Microorganisms on Products.

[15] US Pharmacopea 30 (61), 2007.

Evaluación del polimorfismo de un panel de marcadores microsatélites para uso en identificación y parentesco en alpacas (*Lama pacos*)

Juan Agapito^{1,*}, Jorge Rodríguez², José Espinoza²

¹ Laboratorio de Biología Molecular, Instituto Peruano de Energía Nuclear

² Universidad Peruano Cayetano Heredia

Resumen

Un panel de diez microsatélites designados para alpacas y llamas (Lang *et al.*, 1996; Penedo *et al.*, 1998 y Penedo *et al.*, 1999) fueron evaluados en 200 alpacas no emparentadas provenientes de Huancavelica (105) y Junín (95) mediante amplificación en una reacción de PCR múltiple. Todos los microsatélites fueron altamente polimórficos, con un número de alelos promedio por locus de 14.5, heterocigosidades observadas y comprendidas entre 0.696 y 0.887, probabilidades de exclusión que variaron entre 0.436 y 0.866 y una probabilidad de exclusión acumulada de 0.99999; sugiriendo la efectividad de su uso en identificación y validación de parentesco en alpacas.

Palabras clave: Alpaca, Microsatélites, Parentesco.

Abstract

A panel of ten microsatellites designed for alpacas and llama (Lang *et al.*, 1996; Penedo *et al.* 1998 and Penedo *et al.* 1999) they were evaluated in 200 not related alpacas from Huancavelica (105) and Junin (95) by means of amplification in a reaction of PCR multiple. All the microsatellites were highly polymorphic, with a number of alleles average by locus of 14.5, heterozygosity observed and understood between 0.696 and 0.887, probability of exclusion that varied between 0.436 and 0.866 and a probability of exclusion accumulated of 0.99999; suggesting the effectiveness of its use in identification and validation of relationship in alpacas.

Keywords: Alpaca, Microsatellites, Parentage.

1. Introducción

La alpaca (*Lama pacos*) constituye un recurso de importancia económica para un vasto sector de la población altoandina peruana. El Perú cuenta con la mayor población de alpacas a nivel mundial, llegando a cifras sobre los 3 millones de ejemplares (CONACS, 2003). El estado peruano ha creado un programa multidisciplinario para la mejora de la productividad en la alpaca, constituyéndose la creación de un libro de registro nacional como el punto inicial y crítico para dicho propósito. Sin embargo, la validez de los libros de registro dependen de la confiabilidad en identificar a los animales inscritos.

Durante muchos años, métodos convencionales como análisis de grupos sanguíneos y polimorfismos de proteínas han sido las únicas herramientas disponibles para identificación y determinación de parentesco siendo el tiempo requerido, la complejidad y el costo sus principales desventajas.

En la década pasada, muchas técnicas basadas en el análisis de ADN mediante reacción en cadena de la polimerasa (PCR) han sido desarrolladas para identificación y determinación de parentesco en animales domésticos, siendo el análisis de ADN microsatélites el más usado. Los microsatélites son repeticiones de hasta 6 pares de bases, de alta frecuencia en el genoma eucariota, altamente polimórficos, codominantes y de herencia mendeliana (Hancock, 1991).

La determinación de parentesco mediante análisis de microsatélites es utilizada para garantizar y validar los registros genealógicos y productivos en diferentes especies animales. Métodos de identificación y parentesco mediante microsatélites son utilizados en caninos (Morera *et al.*, 1999; Pádar *et al.*, 2001), bóvidos silvestres y domésticos (Kankan & Fado, 1999; Mommens *et al.*, 1998), caprinos (Ganai & Yadav, 2005), porcinos (Aguilera-Reyes *et*

*Correspondencia autor: jagapito@ipen.gob.pe

al., 2006), equinos (Binns *et al.*, 2000), en primates no humanos (Constable *et al.*, 2001; Vigilant *et al.*, 2001) y camellos (Sasse *et al.*, 2000; Sam *et al.*, 2001). En el Perú los registros en alpacas se basan en observación y empadre controlado, lo cual no asegura un 100% de confiabilidad en la identidad y parentesco de los animales que ingresan a los libros de registro. Se suma a esto, la ausencia de un panel de marcadores microsatélites evaluados y validados para su uso como referencia para identificación y validación de parentesco. En el presente estudio se evalúa un panel de 10 microsatélites altamente polimórficos que pueden ser usados en identificación y validación de parentesco en alpacas.

2. Material y Método

ADN genómico de 200 alpacas (*Lama pacos*) adultas no emparentadas, procedentes de los departamentos de Huancavelica (105) y Junín (95), fueron extraídas a partir de 300 µl de sangre con anticoagulante mediante SDS/ProteínasaK/NaCl y Precipitación con alcohol. (Miller *et al.* 1988).

Diez loci microsatélites YWLL08, YWLL29, YWLL36, YWLL40, YWLL44 (Lang *et al.*, 1996), LCA05, LCA08, LCA19, LCA37 (Penedo *et al.*, 1998) y LCA66 (Penedo *et al.*, 1999) fueron amplificados en una reacción de PCR múltiple utilizando Qiagen Multiplex PCR Kit® (QIAGEN) en un volumen final de 10 µl conteniendo 20 ng de ADN genómico, 1X PCR buffer, 3mM MgCl₂, 0.2mM de cada dNTPs, 0.5 U HotStart Taq® DNA polimerasa y 5 pmoles de cada cebador (cebador de avance marcado con fluorocromo en su extremo 5'). La amplificación se realizó en un termociclador modelo 9700 GeneAmp® (Applied Biosystem) siguiendo el protocolo termal: 1 ciclo de 95°C por 15 minutos, 25 ciclos de 95°C por 30 segundos, 60°C por 90 segundos, 72°C por 60 segundos y un ciclo de 60°C por 30 minutos.

Los productos de PCR fueron separados por electroforesis en capilar mediante un Analizador Genético ABI 3130 DNA sequencers® (Applied Biosystems). El tamaño de los productos amplificados se determinó con el programa Genemapper® v.4.0 (Applied Biosystems).

Las frecuencias alélicas, número de alelos por locus, número promedio de alelos, heterocigosidad observada y esperada, contenido de información polimórfica (PIC),

y la probabilidad de exclusión (Jamieson & Taylor, 1997) para cada locus fueron calculados con el programa Cervus Parentage Analysis v3.0 (Marshall *et al.*, 1998).

3. Resultados y Discusión

La longitud de los alelos en pares de bases, frecuencias alélicas, número de alelo promedio, heterocigosidad observada y esperada, contenido de información polimórfica (PIC), probabilidad de exclusión están detallados en la tabla 1 y 2. Todos los loci fueron altamente polimórficos, con un número de alelos promedio por locus de 14.5 (8-25) y heterocigosidades observadas comprendidas entre 0.696 (YWLL40) y 0.887 (YWLL36). La probabilidad de exclusión varió entre 0.436 (YWLL40) y 0.866 (YWLL08) con una probabilidad de exclusión acumulada de 0.99999.

Los resultados obtenidos con el panel de 10 microsatélites (LCA19, LCA37, LCA5, LCA66, YWLL29, YWLL36, YWLL40, LCA08, YWLL08 y YWLL44) reflejan una mayor variabilidad en comparación a los reportados por Penedo *et al.* (1998), Penedo *et al.* (1999), Rodríguez *et al.* (2004) y Rodríguez *et al.* (2006), esta diferencia es debido probablemente al número y origen (Huancavelica y Junín) de individuos evaluados.

4. Conclusiones

La elevada probabilidad de exclusión acumulada (0.99999) y su amplificación en una sola reacción de PCR múltiple demuestran la factibilidad de ser utilizados en una prueba de identificación y determinación de parentesco en alpacas.

5. Agradecimientos

A la Comunidad de Santa Bárbara y Distrito de Laccho (Huancavelica) y SAIS Túpac Amaru (Junín) por el apoyo logístico y colección de muestras. A la Universidad Peruana Cayetano Heredia (UPCH) por el uso de las instalaciones del laboratorio de Biotecnología y Biología Molecular (LID): Al Consejo Nacional de Camélidos Sudamericanos (CONACS), Sociedad Peruana de Criadores de Alpacas y Llamas (SPAR), Instituto Peruano de Alpaca y Camélidos (IPAC). Al Dr. Fernando García de la Universidad Estadual Paulista de Araçatuba, Sao Paulo, por sus sugerencias. El estudio fue financiado por el Proyecto de

Cooperación Técnica PER 05/027 del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA) y el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN).

6. Bibliografía

- [1] Aguilera-Reyes U, *et al.* Multiple mating and paternity determinations in domestic swine (*Sus scrofa*). *Anim. Res.* 2006; 55:409-417.
- [2] Binns M, *et al.* Molecular genetics of the horse. In: *The genetics of the horse*. Eds. A. Bowling; & A. Ruvinsky. CABI Publishing. London. 2000; 109-121.
- [3] CONACS. Población de Alpacas por departamentos. Programa de Camélidos domésticos. Lima: Perú; 2003.
- [4] Constable J, *et al.* Noninvasive paternity assignment in Gombe chimpanzees. *Molecular Ecology*. 2001; 10:1279-1300.
- [5] Ganai N, *et al.* Parentage Determination in Three Breeds of Indian Goat Using Heterologous Microsatellite Markers. In: *Applications of Gene-Based Technologies for Improving Animal Production and Health in Developing Countries*. Eds. H. Makkar & G. Viljoen. Netherlands: Springer; 2005. p. 613-620.
- [6] Hancock J. *et al.* Microsatellites and other simple sequences: genomic context and mutational mechanisms. In: *Microsatellites. Evolution and Applications*. Ed. Goldstein D, Schlötterer C. Oxford: Oxford University Press; 1991. p. 1-9.
- [7] Jamieson A, *et al.* Comparisons of three probability formulae for parentage Exclusion. *Animal Genetics*. 1997; 28:397-400.
- [8] Kankan D, *et al.* Estimations of the efficacy and reliability of paternity assignments from DNA microsatellite analysis of multiple-sire matings. *Animal Genetics*. 1999; 30:355-361.
- [9] Lang K, *et al.* Fifteen polymorphic dinucleotide microsatellites in llamas and alpacas. *Animal Genetics*. 1996; 27:285-294.
- [10] Marshall T, *et al.* Statistical confidence for likelihood based paternity inference in natural populations. *Molecular Ecology*. 1998; 7:639-655.
- [11] Miller A, *et al.* A simple salting procedure for extracting DNA from human nucleated cells. *Nucleic Acids. Res.* 1988; 16:215.
- [12] Mommens G, *et al.* Effectiveness of bovine microsatellites in resolving paternity cases in American bison, *Bison bison* L. *Animal Genetics*. 1998; 29: 12-18.
- [13] Morera L, *et al.* Detección de variabilidad genética por microsatélites en el Alano Español. *Archivos de Zootecnia*. 1999; 48: 63-70.
- [14] Pádár Z, *et al.* Resolution of parentage in dogs by examination of microsatellites after death of putative sire: case report. *Acta Veterinaria Hungarica*. 2001; 49:269-273.
- [15] Penedo C, *et al.* Microsatellite markers for south american camelids. *Animal Genetics*. 1998; 29:398-413.
- [16] Penedo C, *et al.* Eight microsatellite markers for South American Camelids. *Animal Genetics*. 1999; 30:166-167.
- [17] Rodriguez J, *et al.* Paternity testing using microsatellite DNA in alpacas (*Vicugna pacos*). In: *South American Camelids Research - Volume I. Proceedings of the 4th European Symposium on South American Camelids and DECAMA European Seminar*. Eds. Gerken M, Renieri C. Netherlands: Wageningen Academic Publishers. 2006. p. 273-278.
- [18] Rodriguez J, *et al.* Determinación de Parentesco en alpacas (*Vicugna pacos*) por medio del análisis de ADN Microsatélite. *Rev. Inv. Vet. Perú*. 2004; 15(2):113-119.
- [19] Sam C, *et al.* Improved Breeding in Camelids through Molecular Techniques: Development of STR Multiplexes for Identification and Parentage Verification. In: *Progress in South American Camelids Research. Proceedings of the 3rd European Symposium and SUPREME European Seminar*. EAAP publication N°105. Ed. Gerken M & Reniere C. Göttingen. 2001. p. 296-302.
- [20] Sasse J, *et al.* Development of a microsatellite parentage and identity verification test for dromedary racing camels. Abstracts of the 27a Conference of the International Society of Animal genetics (ISAG). Mineapolis, EEUU. 2000.
- [21] Vigilant L, *et al.* Paternity and relatedness in wild chimpanzee communities. *PNAS*. 2001. 98: 12890-12895.

Tabla 1: Reacciones de PCR Múltiple, tipo de marcación del cebador, rango y número de alelos.

| <i>Locus</i> | <i>Múltiplex</i> | <i>Tipo de marcación</i> | <i>Rango Alelos</i> | <i>Número Alelos (K)</i> |
|--------------|------------------|--------------------------|---------------------|--------------------------|
| LCA19 | 1 | 6-FAM | 81-117 | 14 |
| LCA37 | 1 | 6-FAM | 123-167 | 18 |
| YWLL40 | 1 | 6-FAM | 178-188 | 6 |
| LCA08 | 1 | HEX | 230-256 | 10 |
| YWLL36 | 1 | NED | 136-178 | 17 |
| LCA5 | 1 | NED | 182-206 | 12 |
| LCA66 | 1 | NED | 217-259 | 16 |
| YWLL08 | 2 | HEX | 126-188 | 28 |
| YWLL29 | 2 | 6-FAM | 213-227 | 8 |
| YWLL44 | 2 | NED | 81-127 | 16 |
| Promedio | | | | 14,5 |

Tabla 2: Número de alelos (K), Heterocigocidad observada (HO) y esperada (HE), Contenido de Información polimórfica (PIC), Probabilidad de exclusión individual – sin pariente conocido (Excl. 1) – pariente conocido (Excl. 2) y a acumulada (PEa) para los diez microsatélites analizados.

| Locus | k | H(O) | H(E) | PIC | Excl(1) | Excl(2) |
|---------------------|-------------|---------------|---------------|--------------|----------------|----------------|
| LCA19 | 15 | 0.7250 | 0.7470 | 0.7120 | 0.35700 | 0.53800 |
| LCA37 | 20 | 0.8020 | 0.8660 | 0.8530 | 0.58800 | 0.74100 |
| YWLL40 | 8 | 0.6960 | 0.6910 | 0.6360 | 0.26800 | 0.43600 |
| YWLL29 | 8 | 0.7040 | 0.7120 | 0.6810 | 0.32200 | 0.50800 |
| YWLL36 | 14 | 0.8870 | 0.8860 | 0.8720 | 0.61800 | 0.76500 |
| LCA5 | 13 | 0.7840 | 0.7880 | 0.7550 | 0.41000 | 0.58700 |
| LCA66 | 16 | 0.8280 | 0.8570 | 0.8420 | 0.56300 | 0.72300 |
| YWLL44 | 15 | 0.7730 | 0.8730 | 0.8560 | 0.59100 | 0.74300 |
| YWLL08 | 25 | 0.8060 | 0.9360 | 0.9290 | 0.76100 | 0.86400 |
| LCA08 | 11 | 0.8240 | 0.8350 | 0.8140 | 0.50500 | 0.67500 |
| Promedio | 14.5 | 0.7829 | 0.8191 | 0.795 | | |
| PEa (10 STR) | | | | | 0.99937 | 0.99999 |

Descontaminación por radiación gamma y caracterización de un gel de *Aloe vera*: Reporte Preliminar

Emma Castro^{1,*}, Nancy Pérez¹, Marco Linares², Anita Robles³, Patricia Bedregal⁴

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos, Dirección General de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Instituto Peruano de Energía Nuclear Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación, Dirección General de Seguridad Radiológica. Instituto Peruano de Energía Nuclear Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Planta de Producción de Radioisótopos, Dirección de Producción. Instituto Peruano de Energía Nuclear Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

⁴ Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470 Lima 41, Perú

Resumen

El gel de la planta del *Aloe vera L.* ha sido ampliamente estudiado por sus diversas propiedades, útiles para la elaboración de productos por la industria cosmética, de alimentos y médico-farmacéutica. La radiación gamma se utiliza con fines comerciales para tratar productos, incluyendo a aquellos que tienen en su formulación el gel de *Aloe vera*. Este estudio preliminar tiene como propósito descontaminar el gel de *Aloe vera* en estado natural, mediante radiación gamma y caracterizar el producto irradiado a diferentes dosis de radiación, mediante la realización de pruebas microbiológicas, físico-químicas y organolépticas. Las dosis de irradiación aplicadas fueron de 2, 3, 5, 8, 12 y 15 kGy. Si bien se logró la descontaminación del gel a la dosis de 8 kGy, se observaron algunos cambios en las propiedades físico-químicas y organolépticas de las muestras irradiadas.

Abstract

The gel from *Aloe vera L.* has been widely studied due to its various properties, useful for the elaboration of products by industries such as food, pharmaceutical and cosmetics. Gamma radiation is a well known agent used for commercial decontamination or sterilization of products including those with *Aloe vera* gel as part of its formulation. The purpose of this preliminary study is to decontaminate *Aloe vera* gel, in its natural state, using gamma rays and to characterize the irradiated sample product. For this, samples of gel were irradiated at 2, 3, 5, 8, 12 y 15 kGy, and microbiological, physico-chemical and organoleptic tests were performed. Although decontamination was achieved at 8 kGy, some variations were observed in its physico-chemical and organoleptic properties on irradiated samples. Further studies need to be performed to conclude this study.

1. Introducción

El gel de la planta del *Aloe vera L.* ha sido estudiado de manera continua por sus propiedades medicinales, utilizándose ampliamente, desde la antigüedad [1]. Este gel está compuesto principalmente por polisacáridos y agua, además de aminoácidos, lípidos taninos y enzimas. Tradicionalmente se utiliza como un remedio natural para el tratamiento de quemaduras de primer y segundo grado, provocadas por calor o una exposición extensa al sol. Por otro lado, existen estudios que demuestran su efecto antiinflamatorio y utilidad para acelerar la cicatrización de las heridas[2], así como para el tratamiento de afecciones a la piel[3]. También se reporta su utilidad para

proteger y calmar la piel de pacientes sometidos a tratamiento de radioterapia[4].

Comercialmente, es utilizado por la industria cosmética para la elaboración de shampoos, protectores solares, cremas, lociones etc, en la industria alimentaria como suplemento alimenticio. Por otro lado, la industria médico-farmacéutica ha puesto en el mercado una serie de hidrogeles comerciales, para tratar lesiones a la piel, alguno de ellos, con *Aloe vera* como parte de su formulación. [5,6,7].

La radiación ionizante es un agente muy útil para el desarrollo de la industria médico, farmacéutica y de cosméticos.

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

Sus aplicaciones comprenden un amplio espectro, que van desde la descontaminación y esterilización de insumos o productos terminados hasta la elaboración de materiales, como por ejemplo, hidrogeles. Estos últimos se elaboran a partir de polímeros o una combinación de éstos con productos naturales pudiéndose utilizar como coberturas para el tratamiento de diversas lesiones a la piel [8, 9].

En el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) se tratan con radiación ionizante, con fines comerciales, productos médicos y cosméticos, así como insumos para su fabricación, los mismos que pueden ser de origen natural. Entre ellos, se ha aplicado con éxito radiación gamma a formulaciones cosméticas para el tratamiento del cabello y piel que contenían el gel de *Aloe vera*. Actualmente, en IPEN, se están realizando diversas investigaciones dirigidas a la elaboración de coberturas; de origen biológico o sintético, como hidrogeles, para tratar lesiones a la piel; en cuyo procesamiento se utiliza la radiación gamma.

Las propiedades del gel de *Aloe vera*, lo convierten en un candidato excepcional para ser incluido en las coberturas que puedan elaborarse, de modo que se incremente el potencial de estos materiales para su uso en medicina.

Así, el propósito de este trabajo es efectuar un estudio preliminar sobre los efectos de la radiación gamma para la descontaminación de un gel de *Aloe vera* mediante la realización de pruebas microbiológicas y físico-químicas, las mismas que permitirán la caracterización del gel tratado a diferentes dosis de radiación.

2. Metodología

A continuación se detallan las actividades, metodología, equipos y materiales empleados durante la ejecución del estudio.

2.1 Recolección y procesamiento de las hojas de *aloe vera*

Las muestras de gel de *Aloe vera* L. se obtuvieron de plantas de una edad aproximada de 6 años cultivadas en las áreas verdes del Centro Nuclear de Huarangal.

El procesamiento del gel se llevó a cabo de acuerdo al método reportado en [10]. Se procesaron 02 lotes de hojas recolectadas

obteniéndose en cada caso, aproximadamente 500 ml de gel.



Figura 1: A: Planta de *Aloe vera*. B: Recolección de hojas.

En una cabina de flujo laminar se fraccionó el gel, en porciones de 10 ml y 30 ml, las que se colocaron en bolsas de polietileno, y se empacaron triplemente.

2.2 Dosimetría e irradiación de las muestras

La técnica dosimétrica utilizada para determinar los tiempos de irradiación de las muestras fue Fricke [11] en aire. Se utilizaron en total 15 ampulas con solución dosimétrica; las cuales fueron irradiadas a 05 tiempos diferentes. La tasa de dosis Nordion fue de 10.2051 kGy/h.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canadá, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 12 778 Ci al 28 de mayo del 2008, donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV VIS, Lambda 2, donde se realizaron las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. Las dosis de irradiación aplicadas fueron 2, 3, 5, 8, 12 y 15 kGy.

2.3 Análisis microbiológicos

Estas pruebas se realizaron para comparar las cargas microbianas del gel de *Aloe vera* sin irradiar (control) e irradiado. Las pruebas se efectuaron por duplicado y fueron: Recuentos Totales de Aerobios Mesófilos y de Hongos.

Los ensayos se realizaron según la US Pharmacopea [12]. Los equipos utilizados para estas pruebas fueron: Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo que se

utilizaron fueron: Caldo Casoy, Agar Casoy, Agar Sabouraud Dextrosa 4% de Merck.

2.4 Medición del pH

Se midió el pH a las muestras control y a las irradiadas. La temperatura de medición fue de 21°C. El equipo utilizado fue el potenciómetro Hanna Instruments, modelo pH 211 con electrodo de calomel, resolución de 0.01 y precisión de ±0.1%. Los resultados están expresados con la incertidumbre expandida al 95% de confianza aproximadamente.

2.5 Determinación de la densidad

En este ensayo se utilizó un picnómetro de volumen ajustado, de 9,656 mL, y una balanza analítica de 0.1 mg de precisión. Previa realización de la prueba se calibró el picnómetro. Los resultados se obtuvieron utilizando la siguiente fórmula:

$$\rho = (w_3 - w_1) / (w_2 - w_1) \times \rho_{H_2O}$$

ρ : Densidad de la muestra

ρ_{H_2O} : Densidad del agua

w1: Peso del picnómetro limpio y seco

w2: Peso del picnómetro con H₂O

w3: Peso del picnómetro con el gel de aloe

La prueba se realizó siguiendo el método clásico de determinación de densidades de muestras líquidas.

2.6 Espectroscopia infrarroja (FT-IR)

Se adquirieron los espectros IR de la muestra control y de las irradiadas. Para ello se utilizó el espectrofotómetro infrarrojo marca NICOLET, modelo IMPACT 410, accesorio ATR para muestras líquidas. Los parámetros de adquisición fueron: resolución de 8 cm⁻¹, barrido de frecuencia: 4000 a 400 cm⁻¹.

2.7 Pruebas organolépticas

Por el método visual se observó la apariencia, color, olor y fluidez del gel de aloe vera, muestra control e irradiadas para determinar variaciones en sus características físicas.

3. Discusión de Resultados

Los resultados de la prueba dosimétrica en aire fue el siguiente: tasa de dosis: 10,077610 ± 0,12 kGy/h, siendo el error de 1,25% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canada. Fecha de la prueba 28/05/07 (Tabla 1).

Tabla 1: Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en aire.

| Tiempo (s) | Dosis (kGy) |
|--|-------------|
| 15 | 0.05146 |
| 25 | 0.07914 |
| 35 | 0.10673 |
| 45 | 0.13517 |
| 55 | 0.16341 |
| Estadísticas de la regresión | |
| Coefficiente de correlación múltiple | 0.999978987 |
| Coefficiente de determinación R ² | 0.999957975 |
| R ² ajustado | 0.999943966 |
| Error típico | 0.000331328 |
| Observaciones | 5 |
| Coeficientes | |
| Intercepción | 0.009205276 |
| Variable X 1 | 0.002799336 |

En la Tabla 2 se muestra los resultados de los ensayos microbiológicos realizados.

Tabla 2: Pruebas Microbiológicas en muestras de gel de *Aloe vera*, control e irradiadas.

| Prueba / Dosis[kGy] | 0 | 2 | 3 | 5 | 8 |
|---|----------------------|--------------------|--------------------|-------|------|
| Recuento Total Microorganismos Aerobios Mesófilos [UFC/g] | 56x10 ⁵ | 25x10 ³ | 35x10 ² | 2 x10 | < 10 |
| Recuento Total de Hongos [UFC/g] | 24 x 10 ⁴ | 2x 10 ² | 1x 10 | < 10 | < 10 |

El nivel de carga microbiana inicial es relativamente alto, probablemente por la manipulación durante la recolección y el procesamiento del gel. A la dosis de 8 kGy se descontamina el producto. Se observa que los hongos son más sensibles que las bacterias. [13].

En lo que se refiere al pH, en la Tabla 3 se muestran los valores promedio de pH obtenidos a partir de las muestras control e irradiadas.

Tabla 3. pH en gel de *Aloe vera*, muestras control e irradiadas.

| Dosis [kGy] | pH, 25°C |
|-------------|---------------|
| 0 | 4,63 ± 0.0141 |
| 2 | 5,93 ± 0.0282 |
| 3 | 5,95 ± 0.0282 |
| 5 | 5,95 ± 0.0282 |
| 8 | 5,98 ± 0.0282 |
| 12 | 6,02 ± 0.0141 |

De los resultados se aprecia que el pH de los geles irradiados se incrementa a medida que aumenta la dosis de irradiación.

Los resultados de densidad se muestran en las Tablas 4 y 5.

Tabla 4: Prueba de Densidad del gel de *Aloe vera* irradiado y control.

| Muestra | Volumen Picnometro (mL) | w 3 (g) | w 1 (g) | w 3 - w 1 |
|---------|-------------------------|---------|---------|-----------|
| 0 kGy | 9,656 | 38,1026 | 29,912 | 8,1906 |
| 8 kGy | 9,656 | 39,3442 | 29,912 | 9,4322 |
| 12 kGy | 9,656 | 39,3191 | 29,912 | 9,4071 |

Tabla 5: Resultados de la densidad del gel de *Aloe vera* irradiado y control.

| Muestra | Densidad g/mL | U exp |
|---------|---------------|-------|
| 0 kGy | 0,8464 | 0,018 |
| 8 kGy | 0,9747 | 0,018 |
| 12 kGy | 0,9721 | 0,018 |

Se observa que el gel aumenta su densidad cuando se incrementa la dosis de irradiación a 8 kGy. Sin embargo, se observó que a 12 kGy desciende ligeramente.

En las Figuras 1 y 2 se muestran los espectros FT- IR obtenidos de las muestras control e irradiadas. Los espectros IR de las muestras irradiadas con las dosis de 2,3, 5 y 8 kGy presentan las mismas características de las muestras control e irradiadas a 15 kGy, por lo que se consignan únicamente los gráficos del control y de la muestra irradiada a 15 kGy.

En todos los espectros FT-IR obtenidos se observa un pico de absorción en 1631 cm^{-1} , el que se mantiene incluso a 15 kGy.

En lo referente a las características organolépticas, en las Figuras 4 y 5, así como en la Tabla 6, se aprecian las propiedades físicas de las muestras control e irradiadas.

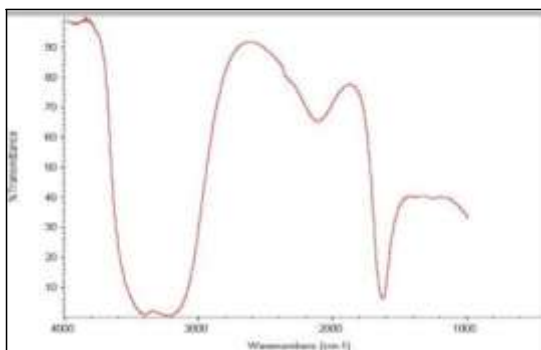


Figura 1: Espectro de gel de *Aloe vera*, 0 KGy. Pico de absorción: 1631 cm^{-1} .

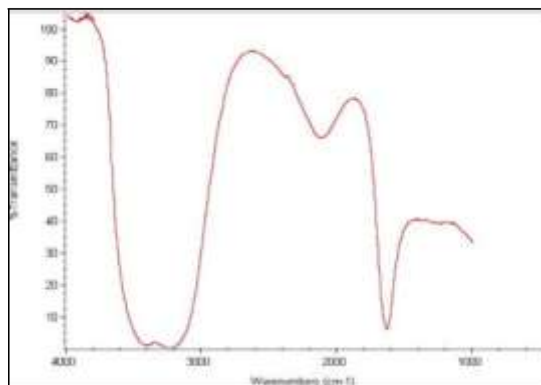


Figura 2: Espectro de gel de *Aloe vera* irradiado a 15 KGy. Pico de absorción: 1631 cm^{-1} .

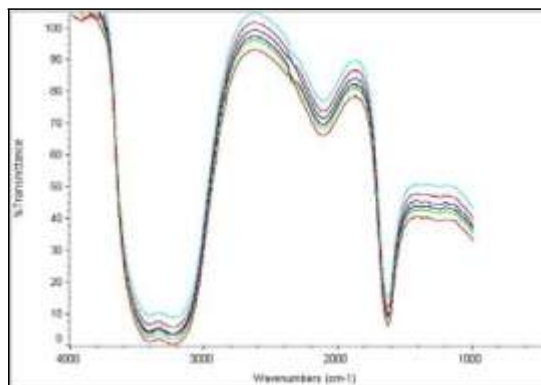


Figura 3: Perfiles de Espectros de gel de *Aloe vera* irradiado a 0, 5, 8, y 15 KGy. Pico de absorción: 1631 cm^{-1} .



Figura 4: Gel de *Aloe vera* irradiado a 0, 2,3,5,8 y 12 kGy.



Figura 5: Gel de *Aloe vera* irradiado a 0 y 12 kGy dosis.

Las pruebas organolépticas realizadas se aprecian en la Tabla 6.

Tabla 6: Características Físicas de muestras control e irradiadas del gel de *Aloe vera*.

| Propiedades | Olor | Color | Apariencia |
|-------------|----------------|----------------------------|--------------------|
| Dosis [kGy] | | | |
| 0 | Característico | Incoloro | muy viscosa |
| 2 | Característico | Incoloro | Viscosa |
| 3 | Característico | Ligera coloración amarillo | Viscosa |
| 5 | Olor extraño | | Ligeramente fluida |
| 8 | Olor extraño | Amarillo claro | Ligeramente fluida |
| 10 | Olor extraño | Amarillo claro | Fluida |
| 15 | Olor extraño | Amarillo claro | Fluida |

Se observa que a medida que se incrementa la dosis, el gel adquiere una coloración amarillenta. A partir de 8 Gy el olor deja de ser característico, con respecto al control. Visualmente se observa que el gel se vuelve más fluido a medida que aumenta la dosis.

4. Conclusiones

- La prueba de dosimetría en aire permitió aplicar dosis exactas de manera precisa y segura con una dosis media global de: 2, 3, 5, 8, 12 y 15 kGy.
- La dosis de 8 kGy descontamina al gel de *Aloe vera* con una carga microbiana inicial en el orden de 10^6 para aerobios mesofilos y de 10^5 para hongos.
- La dosis de 5 kGy permite alcanzar el valor indicado por las especificaciones del gel de aloe vera para su uso comercial ($<10^2$) [14].
- El pH del gel aumenta en la muestras irradiadas del gel, si bien mantiene su carácter ácido hasta 12 kGy.
- La densidad del gel a la dosis de descontaminación (8kGy) aumenta y a su dosis máxima (12kGy) disminuye ligeramente.
- Los espectros FT- IR de las muestras control e irradiadas, incluso a la dosis de 15 kGy presentan perfiles similares, por lo que no se producen modificaciones en la estructura y se identifican al producto como gel de *Aloe vera*.
- La apariencia, color y olor del gel de *Aloe vera* se alteran luego de irradiados. A medida que aumenta la dosis, las muestras presentan mayor fluidez y se desarrolla una coloración amarillenta.

5. Agradecimientos

Al Lic. Johnny Vargas por el apoyo prestado en la irradiación de las muestras.

6. Bibliografía

- [1] Vega Antonio, *et al.* El *Aloe vera* como componente de alimentos funcionales. Rev. Chil. Nutri. 2005 Dic; 32(3).
- [2] World Health Organization. Monographs on Selected Medicinal. Vol. 1. 1999. Geneva: Switzerland. p. 43-49.
- [3] Rodríguez I, *et al.* Beneficios del *Aloe vera* en las afecciones de la piel. Rev. Cubana Enfermer. 2006; 22(3).
- [4] Iglesias A, *et al.* Estudio sobre la respuesta térmica e pacientes tratados con *Aloe vera* en el tratamiento radioterápico de cáncer de mama. Rev. Intern. Dermatol. Dermocosc. 2002; 5: 466-470.
- [5] The medical Supply Company Inc. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.medsupplyco.com/Products/ProductDetails.cfm/ProductNumber/GTL11140>
- [6] (WO/1995/000184) Dried Hydrogel from Hydrophilic-Hygroscopic Polymer- Patente
- [7] Carrington Laboratories, Inc. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.carringtonlabs.com/productcart>
- [8] International Atomic Energy Agency. Radiation synthesis and modification of polymers for biomedical applications. IAEA-TECDOC-1324, Vienna: Austria; 2002.
- [9] (United States Patent 5409703) Dried hydrogel from hydrophilic-hygroscopic polymer.
- [10] Castro E, Robles A. Procesamiento y caracterización del gel de *Aloe vera* para la elaboración de hidrogeles. En: Instituto Peruano de Energía Nuclear. Informe Científico Tecnológico 2006. Lima:Perú. p. 235-241.
- [11] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.
- [12] US Pharmacopeia 30 <61>, 2007.
- [13] IAEA. Manual on radiation sterilization of medical and biological materials - Effect of ionizing radiation on bacteria. TRS 149. Vienna:Austria; 1973. p. 37-63.
- [14] Certificate of Analysis and Material Safety Data Sheet - Aloe vera gel - batch: B030160/2 - May 2006 [serie en Internet] Disponible en: <http://www.newdirections.com.au>

Descontaminación mediante radiación gamma del flavonoide rutina para aplicaciones médicas

Emma Castro^{1,*}, Marco Linares², Anita Robles³, Johnny Vargas², Mónica Vivanco²

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos (LIPM), Dirección de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación (LI), Dirección de Servicios Radiológicos. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

³ Planta de Producción de Radioisótopos. Dirección de Producción. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

La rutina es un flavonoide que se puede obtener de diversas fuentes vegetales. Se considera posee propiedades antioxidantes y capacidad para mejorar la permeabilidad e integridad de las paredes capilares, entre otras. Por ello se le incluye en suplementos alimenticios o formulaciones farmacéuticas. La rutina como materia prima debe cumplir con las especificaciones del producto, siendo posible que debido al proceso de obtención requiera someterse a un método de descontaminación. El presente trabajo tiene como propósito descontaminar el producto, rutina, mediante radiación gamma. Las dosis aplicadas fueron de 8, 12 y 25 kGy. Para la irradiación del producto se llevaron a cabo pruebas dosimétricas. El resultado de las irradiaciones en el producto se verificó mediante la realización de pruebas microbiológicas, físico-químicas y organolépticas.

Abstract

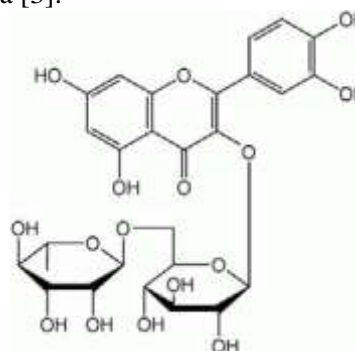
Rutin is a flavonoid that can be obtained from various plant sources. It is considered that has antioxidant and pharmacological properties for improving capillary permeability and integrity, among others. For this, it is included in nutraceuticals as well as in pharmaceutical formulations. Rutin as raw material must comply with product specifications. During the obtaining process, rutin possibly can suffer microbial contamination. The aim of this work is to decontaminate the product rutin using gamma radiation, for commercial purposes. Dosimetric tests were held and irradiation doses applied were 8, 12 and 25 kGy. Results were verified through microbiological, physico-chemical and organoleptic assays.

1. Introducción

Algunas especies de plantas además de poseer componentes nutricionales, también contienen compuestos fenólicos, denominados flavonoides. Estas sustancias que también se pueden encontrar en flores, frutas o vegetales constituyen la parte no energética de la dieta humana [1]. Los flavonoides pertenecen a un grupo de compuestos naturales, arreglados bajo un sistema C6-C3-C6, en el cual dos anillos aromáticos están unidos por una unidad de tres carbonos que pueden o no formar un tercer anillo. Pueden encontrarse como aglicona o en forma de glucósidos con una o tres unidades de azúcar, siendo los azúcares más comunes la glucosa, galactosa, ramnosa, xilosa y arabinosa [2]. Sus propiedades antioxidantes y farmacológicas los hacen atractivos para la industria médico-farmacéutica.

Uno de los flavonoides destacados, es la rutina que, específicamente, es un flavonol

glicósido. Está conformado por quercetina y un disacárido rutinoso (ramnosa y glucosa). Posee la siguiente fórmula global y estructura química [3].



$C_{27}H_{30}O_{16}$

Se puede obtener de fuentes vegetales tales como la ruda (*Ruta graveolens*), trigo sarraceno (*Fagopyrum esculentum*), hojas del

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

eucalipto (*Eucalyptus globulus* Labill), sófora (*Sophora japonica*), sauco (*Sambucus nigra* L), diversas variedades de moras (*Rubus ssp*), así como, de la mandarina, limón, naranja, toronja, frutos pertenecientes al género *Citrus*. Se le conoce también como rutósido, Vitamina P o Quercetin-3.

Si bien el conocimiento sobre el rol que desempeña en el mantenimiento de la salud humana es limitado y aun está en estudio, existen trabajos sobre las propiedades farmacológicas de la rutina, como antiinflamatorio [4], antioxidante [5,6], considerándose que pudiera desempeñar algún rol para inhibir ciertos tipos de cáncer. Por otro lado, se encuentra en formulaciones farmacéuticas a manera de suplemento alimenticio con vitaminas y minerales, así como en otras, para mejorar la permeabilidad e integridad de las paredes capilares [7, 8].

La forma de recolección del producto, así como el procesamiento para convertirlo en materia prima, puede dar como resultado que el producto no cumpla con los criterios microbiológicos establecidos en las especificaciones del producto. Por ello, para ser utilizado comercialmente, se requiere que sea sometido a un método de descontaminación que puede ser la radiación gamma, proveniente del Cobalto-60. Este método es eficaz para controlar el crecimiento microbiano y una de sus ventajas frente a otros métodos es su gran capacidad de penetración que permite tratar el producto en su empaque final. Por otro lado, el insignificante aumento de la temperatura durante el proceso, hacen que la radiación gamma sea un agente muy adecuado para tratar productos sensibles al calor como son los flavonoides y específicamente la rutina [9,10].

Por otro lado, se tienen referencias que la rutina, bajo la presentación en polvo, es tratada comercialmente, mediante radiación gamma [11].

El propósito de este trabajo es establecer los parámetros de irradiación para tratar comercialmente el producto rutina, manteniendo las propiedades establecidas por las especificaciones del producto.

2. Metodología

El estudio se realizó en el producto rutina, como materia prima, bajo la forma de presentación en polvo. El producto no

cumplía con las especificaciones microbiológicas establecidas para dicha materia prima. En este acápite se listan las pruebas, actividades, equipos, materiales y medios de cultivo utilizados en este estudio.

2.1 Fraccionamiento de la rutina

Esta actividad se llevo a cabo bajo flujo laminar con el objeto de obtener muestras de peso adecuadas para la realización de las pruebas. Estas muestras fueron triplemente empacadas en envolturas de polietileno de alta densidad.

2.2 Dosimetría e irradiación de las muestras

Las técnicas dosimétricas utilizadas para el mapeo de las dosis en la cámara de irradiación así como para medir las dosis absorbidas por el producto fueron Fricke [12], y el Etanol Clorobenceno (ECB) [13], como dosímetro de rutina. Se utilizaron en total 15 ampulas con solución dosimétrica; las cuales fueron irradiadas en 05 tiempos diferentes junto con el producto, el peso total del mismo fue de 1 270 gramos, con una densidad aparente en la cámara de irradiación de 0,359 g/cc.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canada, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 14 083 Ci (01-09-07), donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV VIS, Lambda 2, donde se hicieron las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. A modo de control, durante la irradiación se colocaron con la muestra, dosímetros de etanol clorobenceno cuya conductividad luego de irradiados, se midió en el Oscilótrotador/TRIEM. Las dosis de irradiación aplicadas fueron de 8, 12 y 25 kGy

2.3 Análisis microbiológicos

Los ensayos incluyen las pruebas de recuento total de aerobios mesófilos; y de hongos así la detección de patógenos (prueba realizada por la empresa proveedora de la muestra). Los equipos que se utilizaron fueron: Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de

tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo que se utilizaron fueron: Caldo Casoy, Agar Casoy, Agar Sabouraud Dextrosa 4%. Los ensayos se realizaron según la US Pharmacopea [14].

2.4 Espectroscopia infrarroja (FTIR)

Se adquirieron los espectros IR de todas las muestras. Para ello se utilizó el espectrofotómetro infrarrojo marca NICOLET, modelo IMPACT 410, accesorio para refracción difusa, indicado para muestras sólidas. Los parámetros de adquisición fueron: resolución de 8 cm⁻¹, barrido de frecuencia: 4000 a 1000 cm⁻¹.

2.5 Características organolépticas

Por el método visual se observó la apariencia, color, así como el olor de todas las muestras, irradiadas y el control, para determinar variaciones en sus características físicas.

3. Resultados y Discusión

En lo referente a las pruebas dosimétricas, los resultados fueron los siguientes, en aire el valor de la tasa de dosis fue de 11,102061 ± 0,504139 kGy/h siendo el error de 1,2951% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canada. (Tabla 1). El mapeo de la dosis del producto en la cámara de irradiación determinó una tasa de dosis mínima de 8,0257 kGy/h y una tasa dosis máxima de 13,2670 kGy/h (Tabla 2). La uniformidad de dosis hallada fue de 1,65306 valor dentro del rango esperado para el equipo de irradiación y el peso del producto. La lectura del dosímetro de etanol clorobenceno, colocado en el sitio de dosis mínima al irradiar las muestras a 8 kGy, indicó variaciones menores al 6%.

En lo referente a las pruebas microbiológicas, la Tabla 3 muestra los resultados de los ensayos realizados.

Las especificaciones microbiológicas del producto indican que el número de microorganismos obtenido de las pruebas de recuento total de aerobios mesófilos y de hongos no deben exceder los 30 UFC/g y 10 UFC/g, respectivamente; igualmente no debe haber presencia de patógenos. La carga microbiana inicial en la muestra de rutina, no contenía patógenos pero excedía los límites indicados por las especificaciones. Al no ser la carga microbiana significativamente alta,

la dosis de 8 kGy fue suficiente para eliminar los microorganismos del producto.

Tabla 1: Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en aire.

| <i>Tiempo (s)</i> | <i>Dosis (kGy)</i> |
|--|--------------------|
| 15 | 0.06007 |
| 25 | 0.09401 |
| 35 | 0.12387 |
| 45 | 0.15423 |
| 55 | 0.18416 |
| Estadísticas de la regresión | |
| Coefficiente de correlación múltiple | 0.99969474 |
| Coefficiente de determinación R ² | 0.99938958 |
| R ² ajustado | 0.99918610 |
| Error típico | 0.00139151 |
| Observaciones | 5 |
| Coefficientes | |
| Intercepción | 0.01533194 |
| Variable X 1 | 0.00308390 |

Tabla 2: Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en el producto.

| <i>Tiempo [s]</i> | <i>Dosis mínima</i> | <i>Dosis máxima</i> |
|--|---------------------|---------------------|
| 20 | 0.05676 | 0.09229 |
| 30 | 0.08016 | 0.13238 |
| 40 | 0.10096 | 0.17007 |
| 50 | 0.12501 | 0.20409 |
| 60 | 0.14581 | 0.24070 |
| Estadísticas de la regresión para la Dosis Mínima | | |
| Coefficiente de correlación múltiple | 0.999749348 | |
| Coefficiente de determinación R ² | 0.99949876 | |
| R ² ajustado | 0.99933168 | |
| Error típico | 0.000911489 | |
| Observaciones | 5 | |
| Coefficientes | | |
| Intercepción | 0.012565879 | |
| Variable X 1 (Min) | 0.00222936 | |
| Estadísticas de la regresión para la Dosis Máxima | | |
| Coefficiente de correlación múltiple | 0.99958224 | |
| Coefficiente de determinación R ² | 0.99916466 | |
| R ² ajustado | 0.99888621 | |
| Error típico | 0.00194546 | |
| Observaciones | 5 | |
| Coefficientes | | |
| Intercepción | 0.02049538 | |
| Variable X 2 (Max) | 0.00368527 | |

Tabla 3: Pruebas microbiológicas en el flavonoide Rutina.

| Prueba | Dosis[kGy] | | |
|---|-------------|------|------|
| | 0 | 8 | 12 |
| Recuento Total Microorganismos Aerobios Mesófilos [UFC/g] | 77 | < 10 | < 10 |
| Recuento Total de Hongos [UFC/g] | 850 | < 10 | < 10 |
| E. coli | Ausente/10g | -- | -- |
| Salmonella sp. | Ausente/10g | -- | -- |
| Staphylococcus aureus | Ausente/10g | -- | -- |
| Pseudomonas aeruginosa | Ausente/10g | -- | -- |

En las Figuras 1, 2 y 3 se muestran los espectros FT-IR obtenidos de las muestras control (0 kGy), y de la muestra irradiada a la mayor dosis, es decir, 25 kGy.

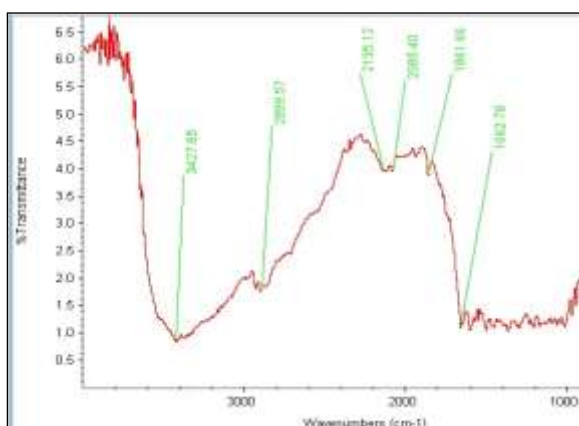


Figura 1: Espectro FT-IR Rutina, muestra control, 0 kGy. Picos de absorción 3428; 2900; 2135; 2085; 1862; 1663 cm-1.

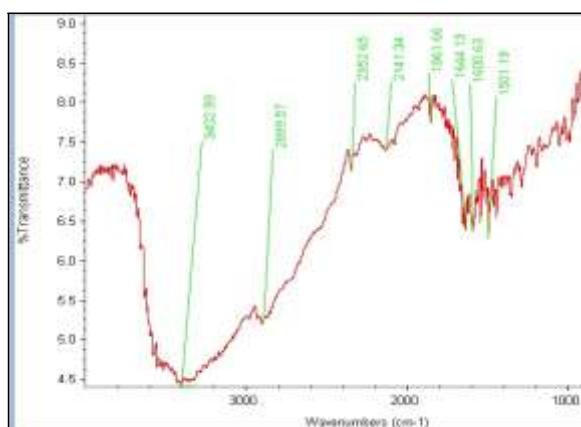


Figura 2: Espectro FT-IR Rutina, muestra irradiada a 25 kGy. Picos de Absorción Picos de absorción 3402.99; 2899.57; 2352.65; 1861.66; 1644.13; 1600; 1501.19 cm-1.

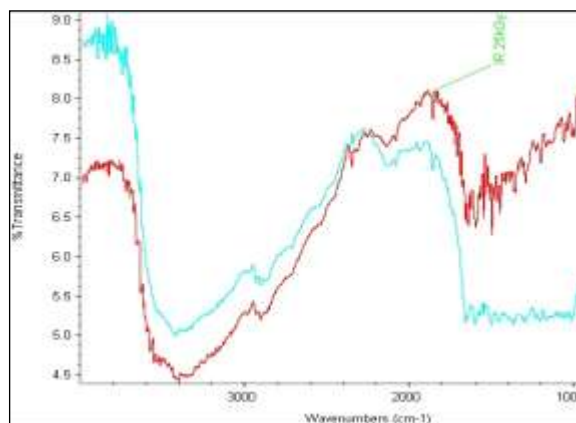


Figura 3: Comparación de los Espectros de las muestras de Rutina, control 0kGy y de la irradiada a la dosis máxima de 25 kGy.

Solo se consignan los espectros FT-IR de las muestras irradiadas con las dosis de 0 y 25 kGy, ya que los espectros de las muestras irradiadas a 8 y 12 kGy presentaban las mismas características de espectro FT-IR de la muestra control.

Los espectros FT-IR de la muestra control y de la muestra irradiada a 25 kGy presentan perfiles similares por lo que el producto no ha sufrido modificaciones en su estructura.

En cuanto a las características organolépticas, en la Figura 4, se presentan la muestra control y las irradiadas a las diferentes dosis.



Figura 4: Rutina Irradiada a 0, 8, 12 y 25 kGy

En la Tabla 4 se describen las características físicas y organolépticas de las muestras de rutina en polvo, irradiadas y control.

Tabla 4: Características Físicas del producto rutina en polvo.

| Dosis | 0 kGy | 8 kGy | 12kGy | 25 kGy |
|---------------------|----------------------|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| Propiedades Físicas | | | | |
| Olor | Característico | Característico Amarillo verdoso, | Característico amarillo verdoso | Característico Amarillo verdoso |
| Color | Amarillo verdoso | ligera- mente mas oscuro y opaco | ligera- mente mas oscuro y opaco | ligera- mente mas oscuro y opaco |
| Apariencia | Polvo de flujo libre | Polvo de flujo libre | Polvo de flujo libre | Polvo de flujo libre |

El olor se mantuvo similar al control incluso a 25 kGy. Se aprecia que hubo un ligero cambio de color en las muestras irradiadas, el polvo, a medida que aumenta la dosis, se torna opaco y oscurece ligeramente. A todas las dosis de radiación, el polvo presentó al caer un flujo libre.

4. Conclusiones

- Las pruebas dosimétricas permitieron aplicar dosis exactas de manera precisa y segura al producto con uniformidad de dosis de 1,65306.

- A la dosis de 8 kGy se logra la descontaminación del producto.

- El color, si bien sufre variación en lo referente al matiz, se mantiene dentro de las especificaciones. El olor y la apariencia del polvo de rutina no se altera significativamente luego de ser irradiado, incluso a 25 kGy.

- Los espectros FT-IR de las muestras estudiadas identifican a la muestra como rutina incluso a la dosis de 25 kGy, no sufriendo modificación la estructura de la misma.

Se recomienda realizar las pruebas de valoración del principio activo, tal como se indica en las especificaciones del producto, a las muestras irradiadas y comparar los resultados con los del control.

Finalmente, el producto flavonoide rutina, se irradió comercialmente a la dosis de 8 kGy.

5. Bibliografía

[1] Martínez-Florez S, *et al.* Revisión: Los flavonoides: Propiedades y Acciones Antioxidantes. *Nutrición Hospitalaria*. 2002; 17(6): 271-278.

[2] Lock Olga, *et al.* Practica VI.6 Análisis en Flavonoides en Plantas. Departamento de Ciencias, Sección de Química, Pontificia Universidad Católica del Perú. Diciembre 2006.

[3] Botanical-online SL. [home page Internet]. 2007. Disponible en: <http://www.botanical-online.com/medicinalesrutina.htm>

[4] Guardia Teresita, *et al.* Anti-inflammatory properties of plant flavonoids. Effects of rutin, quercetin and hesperidin on adjuvant arthritis in rat. *Il Farmaco*. 2001 Aug; 56(9): 683-687.

[5] Zhonghong Gao, *et al.* Effects of rutin supplementation on antioxidant status and iron, copper, and zinc contents in mouse liver and brain. *J. Biological Element Trace Research*. 2002 Sep; 88(3).

[6] Tiwari AK. Imbalance in antioxidant defense and human diseases: multiple approach of natural antioxidants therapy. *Curr Sci*. 2001; 81: 1179-87. 2000;88:146-50.

[7] Diet and Health Net. Information on rutin. [home page Internet]. 2007. Disponible en: <http://www.diet-and-health.net/Supplements/Rutin.html>

[8] Kosmix Corporation [home page Internet]. 2007. Disponible en: <http://www.kosmix.com/health/>

[9] Zhong Geng, *et al.* Effects of heat treatment on flavonoids content and antioxidant capacity of buckwheat (*Fagopyrum tataricum Gaert*) flower ethanolic extracts. [serie en Internet]. Disponible en: <http://scholar.ilib.cn/A-zgnykx-e200309015.html>

[10] Dietrych-Szostak D, *et al.* Effect of processing on the flavonoid content in buckwheat (*Fagopyrum esculentum Möench*) grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 1999; 47(10): 4384-87.

[11] Amazon Discovery Co. [home page Internet]. 2007. Disponible en: <http://www.amazondiscovery.com/herbs-R-Z.htm>

[12] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.

[13] Norma ASTM 51538:2002 (E). Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System.

[14] US Pharmacopea 30 (61), 2007.

Irradiación del acetato de medroxiprogesterona con rayos gamma para uso médico

Emma Castro^{1,*}, Marco Linares², Anita Robles³, Jhonny Vargas², Mónica Vivanco²

¹ Laboratorio de Irradiación de Productos Médicos (LIPM). Dirección de Investigación y Desarrollo Tecnológico. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Laboratorio de Irradiación (LI). Dirección de Aplicaciones. Dirección de Servicios Radiológicos

³ Planta de Producción de Radioisótopos. Dirección de Producción. Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

Resumen

El acetato de medroxiprogesterona es una progestina que se utiliza en preparados hormonales para tratar condiciones médicas en mujeres, relacionadas a ciclos menstruales anormales, síntomas de la menopausia, endometriosis, entre otros. También se utiliza como contraceptivo. Como materia prima para sus diferentes presentaciones, el producto debe estar estéril. La radiación gamma ha demostrado ser un método efectivo para esterilizar productos médicos. El presente trabajo tiene como propósito realizar un estudio para la esterilización del acetato de medroxiprogesterona mediante radiación gamma. Las dosis aplicadas fueron de 10, 15, 25 y 40 kGy. Para la irradiación del producto se llevaron a cabo pruebas dosimétricas. El resultado de las irradiaciones en el producto se verificó mediante la realización de pruebas microbiológicas, físico-químicas y organolépticas.

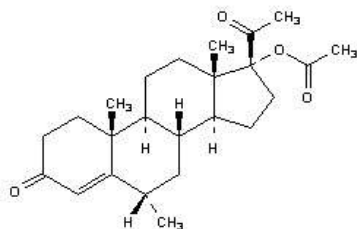
Abstract

Medroxyprogesterone acetate is a progestin used in hormonal preparations. It is prescribed in women to treat medical conditions related to abnormal menstruation cycle, alleviate symptoms of menopause, endometriosis, among others. It is also used as contraceptive. As raw material for preparing its different forms, the product must be sterile. Gamma radiation has shown to be an effective method to sterilize various pharmaceutical products. The aim of this work is to sterilize medroxyprogesterone acetate through gamma radiation. Dosimetric tests were held and irradiation doses applied were 10, 15, 25 and 40 kGy. Results were verified through microbiological, physico-chemical and organoleptic assays.

1. Introducción

El Acetato de Medroxiprogesterona es una progestina, con actividad biológica similar a la de la hormona femenina progesterona.

Este producto es reportado en la Pharmacopea USA en sus monografías oficiales, siendo su fórmula global y estructura química:



$C_{24}H_{34}O_4$, PM: 386,53 [1]

Se prescribe a mujeres para tratar casos de menstruaciones que presentan, períodos anormales así como hemorragias vaginales. También, para normalizar el ciclo menstrual,

en casos de amenorrea. Se utiliza también para prevenir un crecimiento anormal del revestimiento del útero por lo que podría disminuir el riesgo de cáncer al útero en pacientes a los que se les suministra estrógeno. Asimismo, en combinación con estrógenos, se usa para tratar síntomas de la menopausia así como prevenir el crecimiento del endometrio que pudiera resultar en cáncer al endometrio [2]. También se emplea para reducir dolores en casos de endometriosis [3]. Como contraceptivo, se utiliza a manera de inyección intramuscular [4], porque inhibe la secreción de gonadotropinas, lo que previenen la maduración del folículo ovárico, evitando la ovulación.

Sus presentaciones principales como medicamento son: en suspensión inyectable y en tabletas [5]. También existen preparados que contienen acetato de medroxiprogesterona, que se liberan controladamente en zonas específicas del cuerpo [6].

* Correspondencia autor: ecastro@ipen.gob.pe

Uno de los requisitos indispensables para el uso del acetato de medroxiprogesterona como medicamento, es que esté estéril. Debido a que los productos hormonales son sensibles al calor, el método de esterilización que se emplee no debe aumentar la temperatura del producto durante su procesamiento.

La radiación gamma, proveniente del Cobalto-60, es un agente eficaz para la esterilización de productos médicos y biológicos. También permite tratar al producto en su empaque final por su gran capacidad de penetración y no produce aumento de temperatura durante el procesamiento. La radiación gamma se aplica también en materias primas, que forman parte de un proceso de producción, como aseguramiento de la esterilidad de todo el proceso de producción.

Se han realizado estudios en donde el acetato de medroxiprogesterona ha sido tratado con radiación gamma con fines de esterilización, formando parte de preparados de un sistema de liberación de medicamento [7]. Igualmente, se conoce de procesos patentados para la preparación micronizada de esteroides estériles, que incluyen al acetato de medroxiprogesterona, en los que se aplica la radiación gamma para la esterilización de los productos en fase sólida previa micronización [8].

El propósito de este trabajo es determinar la dosis a la cual el producto acetato de medroxiprogesterona, puede ser tratado mediante radiación gamma, para su esterilización, sin afectar sus propiedades.

2. Metodología

El trabajo se realizó con el producto, bajo la presentación, en polvo. La muestra, que fue entregada por el proveedor, como materia prima no cumplía con los requisitos de esterilidad especificados para el producto. En este acápite se listan las pruebas, actividades, equipos, materiales y medios de cultivo utilizados en este estudio.

2.1 Fraccionamiento del acetato de medroxiprogesterona

Esta actividad se llevo a cabo bajo flujo laminar con el objeto de fraccionar la muestra entregada, en empaques de menor volumen. Las muestras fueron triplemente empacadas en envolturas de polietileno de alta densidad y se colocaron en empaques protegidos de la

luz y se conservaron a 20 °C aproximadamente.

2.2 Dosimetría e irradiación de las muestras

Las técnicas dosimétricas utilizadas para el mapeo de las dosis en la cámara de irradiación así como para medir las dosis absorbidas por el producto fueron Fricke como referencia y el Etanol Clorobenceno (ECB), como dosímetro de rutina. Se utilizaron en total 15 ampullas con solución dosimétrica; las cuales fueron irradiadas a 05 tiempos diferentes junto con el producto, el peso total del mismo fue 1 466,3g con una densidad aparente en la cámara de irradiación de 0,415 g/cc.

Los equipos utilizados para esta prueba fueron: el irradiador, modelo Gammacell 220 Excel, de la Nordion Inc. de Canada, con fuentes de Co-60 y con una actividad de 15 355 Ci (04-01-2007), donde se llevaron a cabo las irradiaciones; y el Espectrofotómetro Perkin Elmer Modelo, UV VIS, Lambda 2, donde se realizaron las lecturas de la absorbancia de los dosímetros Fricke irradiados, a una longitud de onda λ de 303.00 nm. A modo de control, durante la irradiación se colocaron con la muestra, dosímetros de etanol clorobenceno cuya conductividad luego de irradiados, se midió en el Oscilótrotador/TRIEM.

Las dosis de irradiación aplicadas fueron 10, 15, 25 y 40 kGy.

2.3 Análisis microbiológicos

Las pruebas incluyen el recuento total de aerobios mesófilos y de hongos así como esterilidad.

Los equipos que se utilizaron para la realización de estos análisis fueron: Autoclave Raypa AES-75 Dry, Estufa Incubadora VWR Scientific, Balanza toploading Mettler 682B, Agitador magnético Stuart Scientific, Baño maría Tecam, Shaker Orbital Labline, Agitador de tubos Fisher y Flujo Laminar Envair. Los medios de cultivo que se utilizaron fueron: Caldo Casoy, Agar Casoy, Agar Sabouraud Dextrosa 4%, caldo Tioglicolate, todos productos de Merck. Los ensayos se realizaron según la US Pharmacopea [11].

2.4 Espectroscopia infrarroja FT-IR

Se adquirieron los espectros IR de todas las muestras. Para ello se utilizó el

espectrofotómetro infrarrojo marca NICOLET, modelo IMPACT 410, accesorio para refracción difusa, indicado para muestras sólidas. Los parámetros de adquisición fueron: resolución de 8 cm⁻¹, barrido de frecuencia: 4000 a 400 cm⁻¹.

2.5 Características Organolépticas

Por el método visual se observó la apariencia, color, así como el olor de todas las muestras, irradiadas y el control, para determinar variaciones en sus características físicas.

3. Resultados y Discusión

En lo que se refiere a las pruebas dosimétricas, los resultados fueron los siguientes: en aire el valor de la tasa de dosis fue de 12,23614 ± 0,340173 kGy/h siendo el error de 0,22067% comparado con la tasa de dosis de la MDS Nordion de Canadá (Tabla 1). El mapeo de la dosis del producto en la cámara de irradiación determinó una tasa de dosis mínima de 9,2527 kGy/h y una tasa de dosis máxima de 14,7082 kGy/h (Tabla 2). La uniformidad de dosis hallada fue de 1,58961, valor dentro del rango esperado para el equipo de irradiación y el peso del producto. La lectura del dosímetro de etanol clorobenceno, colocado en el sitio de dosis mínima al irradiar las muestras a 10, 15, 20, 25 y 40 kGy indicó variaciones menores al 6%.

Tabla 1: Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en aire.

| Tiempo (s) | Dosis (kGy) |
|---|-------------|
| 15 | 0.06315 |
| 25 | 0.09630 |
| 35 | 0.12981 |
| 45 | 0.16360 |
| 55 | 0.19945 |
| Estadísticas de la regresión | |
| Coeficiente de correlación múltiple | 0.99988555 |
| Coeficiente de determinación R ² | 0.99977112 |
| R ² ajustado | 0.99969482 |
| Error típico | 0.00093894 |
| Observaciones | 5 |
| Coeficientes | |
| Intercepción | 0.01149943 |
| Variable X 1 | 0.00339893 |

Tabla 2: Estadística de la regresión para la Dosimetría Fricke en el producto.

| Tiempo [s] | Dosis mínima | Dosis máxima |
|---|--------------|--------------|
| 20 | 0.05478 | 0.09703 |
| 30 | 0.07741 | 0.13737 |
| 40 | 0.10221 | 0.17989 |
| 50 | 0.12837 | 0.22159 |
| 60 | 0.15781 | 0.25920 |
| Estadísticas de la regresión para la Dosis Mínima | | |
| Coeficiente de correlación múltiple | 0.998770333 | |
| Coeficiente de determinación R ² | 0.997542179 | |
| R ² ajustado | 0.996722905 | |
| Error típico | 0.002329253 | |
| Observaciones | 5 | |
| Coeficientes | | |
| Intercepción | 0.00130827 | |
| Variable X 1 (Min) | 0.002570205 | |
| Estadísticas de la regresión para la Dosis Máxima | | |
| Coeficiente de correlación múltiple | 0.999798237 | |
| Coeficiente de determinación R ² | 0.999596514 | |
| R ² ajustado | 0.999462018 | |
| Error típico | 0.001498646 | |
| Observaciones | 5 | |
| Coeficientes | | |
| Intercepción | 0.015590214 | |
| Variable X 2 (Max) | 0.004085617 | |

Las muestras se irradiaron a 10, 15, 20, 25 y 40 kGy. La Tabla 3 muestra los resultados de los ensayos microbiológicos realizados.

Tabla 3: Pruebas microbiológicas en Acetato de Medroxiprogesterona.

| Prueba | Dosis[kGy] | | | | |
|--|------------|------|------|------|------|
| | 0 | 10 | 15 | 25 | 40 |
| Recuento Total de Aerobios Mesófilos [UFC/g] | 11x 10 | -- | -- | -- | -- |
| Recuento Total de Hongos [UFC/g] | -- | -- | -- | -- | -- |
| Esterilidad | -- | P.E. | P.E. | P.E. | P.E. |

P.E: Producto Estéril

A la dosis de 10 kGy se observa que el producto está libre de carga microbiana.

En los Gráficos 1 y 2 se muestran los espectros FT-IR obtenidos de las muestras control e irradiada a 40 kGy, respectivamente; mientras que el Gráfico 3 muestra los perfiles de los espectros de ambas muestras.

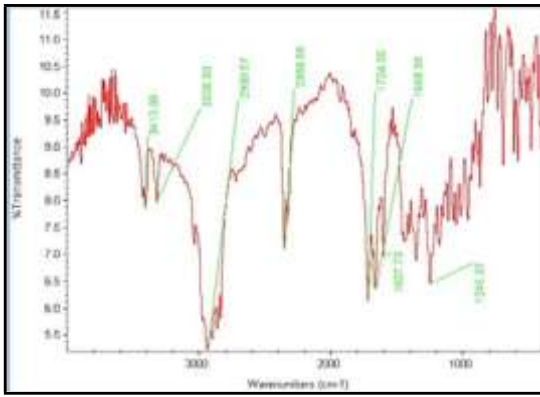


Gráfico 1: Espectro FT-IR de Acetato de Medroxyprogesterona 0 kGy Picos de absorción: 3329, 2931, 2359, 1724, 1668, 1608, 1246 cm^{-1} .

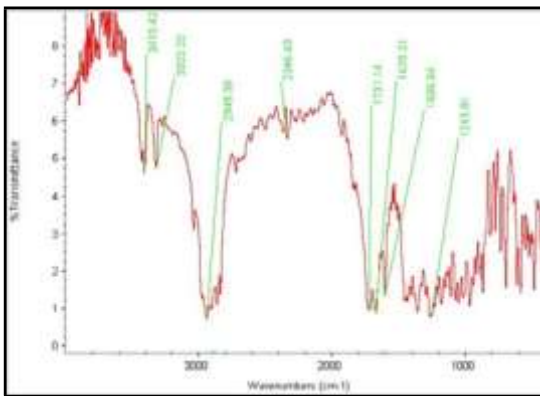


Gráfico 2: Espectro FT-IR de Acetato de Medroxyprogesterona 40 kGy. Picos de absorción: 3415, 2949, 2346, 1731, 1675, 1607, 1265 cm^{-1} .

En el gráfico 3 se observa el perfil de ambos espectros.

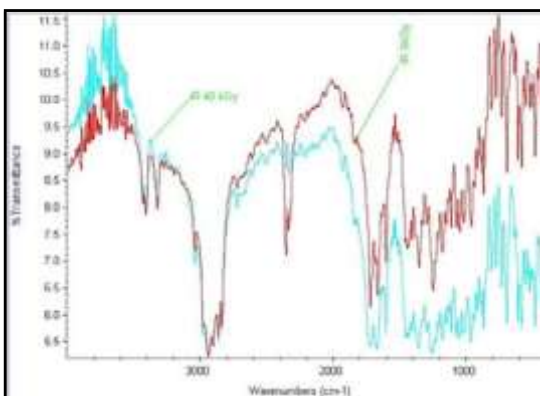


Gráfico 3: Perfiles de Espectros FT-IR de Acetato de Medroxyprogesterona de muestras tratadas a 0k Gy y 40 kGy.

Solo se consignan los espectros FT-IR de las muestras irradiadas con las dosis de 0 y 40 kGy, porque los espectros de las muestras irradiadas a 10, 15 y 25 kGy presentaban las

mismas características de espectro FT-IR de la muestra control. Los espectros FT-IR de la muestra control y la irradiada a 40 kGy presentan perfiles similares.

En cuanto a las características organolépticas, en la Figura 1 se aprecia el color de las muestras de acetato de medroxyprogesteron tratadas a las diferentes dosis de radiación; en la Figura 2, se presenta la muestra control y la tratada a la dosis de 40 kGy.



Figura 1: Acetato de Medroxyprogesterona irradiado a 0, 10, 15, 20, 25 y 40 kGy



Figura 2: Diferencia de color entre muestras de Acetato de Medroxyprogesterona irradiadas a 0 (izquierda) y 40 kGy (derecha).

En la Tabla 4 se describen las características físicas y organolépticas del acetato de medroxyprogesterona en polvo.

Tabla 4: Características Físicas del producto acetato medroxyprogesterona en polvo.

| Dosis/Propiedades Físicas | 0 kGy | 10 kGy | 25kGy | 40 kGy |
|---------------------------|---|---|---|---|
| Olor | Inodoro | Inodoro | Inodoro | Inodoro |
| Color | Blanco | Blanco, ligeramente crema | Blanco, ligeramente crema | Blanco, ligeramente crema |
| Apariencia | Polvo fino, libre de partículas extrañas visibles | Polvo fino, libre de partículas extrañas visibles | Polvo fino, libre de partículas extrañas visibles | Polvo fino, libre de partículas extrañas visibles |

El olor se mantuvo similar al control incluso a 40 kGy. Se aprecia que hubo un ligero cambio de color en las muestras irradiadas, el polvo, a medida que aumenta la dosis, se torna ligeramente crema.

4. Conclusiones

- Las pruebas dosimétricas permitieron aplicar dosis exactas de manera precisa y segura al producto con una relación entre dosis máxima y dosis mínima (uniformidad de dosis) de 1,58961.
- A la dosis de 10 kGy el producto esta estéril.
- El olor del acetato de medroxiprogesterona no se altera luego de irradiado, incluso a 40 kGy. El color blanco del producto adquiere una ligera coloración crema a medida que aumenta la dosis.
- Los espectros FT- IR de las muestras control e irradiadas, incluso a la dosis de 40 kGy presentan perfiles similares, por lo que no se producen modificaciones en la estructura y se identifican al producto como acetato de medroxiprogesterona.

Se recomienda valorar el principio activo del acetato de medroxiprogesterona, debido a que, las muestras irradiadas presentan cambio de color.

5. Bibliografía

- [1] US Pharmacopea 30, 2007. Monografías Oficiales. p. 2829.
- [2] MedlinePlus Drug Information: Medroxiprogesterone. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.nlm.nih.gov/medlineplus/druginf/medmaster/a682470.html>
- [3] MedicineNet, Inc. [homepage de Internet]. Disponible en: <http://www.medicinenet.com>
- [4] Pharmacia and Upjohn. Depoprovera Contraceptive Injection. [homepage de Internet] 2004. [citado el 2 Jun 2007]. Disponible en: www.pfizer.com/pfizer/download/uspi_depo_provera_contraceptive.pdf
- [5] US Pharmacopea 30, 2007. Monografías Oficiales. p. 2829-31.
- [6] Rosiak JM, *et al.* Drug delivery system for the treatment of endometrial carcinoma. J. Radiation Physics and chemistry. 1998 Jun; 52(1): 307-311.
- [7] International Atomic Energy Agency. Radiation synthesis and modification of polymers for biomedical applications. Final results of a co-ordinated research project 1996-2000. IAEA-TECDOC-1324. Vienna: Austria, 2002.

[8] (WO/2007/062685) Process for the Preparation of Micronised Sterile Steroids.

[9] Norma ASTM E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.

[10] Norma ASTM 51538-2002-E. Standard Practice for Use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System.

[11] US Pharmacopea 30 (61), 2007.

VI. Seguridad Nuclear y Protección Radiológica

Dosimetría química en un irradiador de Cobalto-60 seco modelo Gammabeam-127

Marco Linares¹, Johnny Vargas¹, Mónica Vivanco¹, Liz Villanueva², Daniel Alama²

¹ Dirección General de Servicios, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

² Unidad de los Centros de Producción de Moscas de la Fruta. Servicio Nacional de Sanidad Agraria (SENASA)

Resumen

Una de las mayores plagas que se presenta actualmente para nuestros productos frutícolas es la mosca de la fruta del mediterráneo *Ceratitis Capitata*, para combatirla el Ministerio de Agricultura (MINAG) mediante el SENASA ha creado e implementado acciones de prevención, control y erradicación de esta plaga con programas, tendientes a mejorar el status fitosanitario del país, en respaldo de la producción nacional de las agro exportaciones. Para conseguir estos objetivos, el MINAG posee 03 equipos de irradiación gamma Tipo I y un Irradiador Tipo II Gammabeam 127 IR 194. Para conseguir una buena eficiencia en la irradiación fue necesario realizar una dosimetría química, para lo cual se utilizó el sistema Dosimétrico Fricke, obteniendo una uniformidad de dosis de 1,210637 y una tasa de dosis mínima de 0,066559314 kGy/h. Los valores experimentales obtenidos tienen una gran aproximación con aquellos reportados como valores de diseño del fabricante.

Abstract

One of the biggest pests that are currently presented for our fruit products is the Mediterranean fruit fly *Ceratitis capitata*. To eliminate it, the Ministry of Agriculture (MINAG), through SENASA assessment took into actions to create and to implement pest prevention, control and eradication, in order to improve country phytosanitary status, by supporting national production of agricultural exports. To achieve these objectives, MINAG has 03 gamma irradiators Type I and 01 Type II Gammabeam irradiator 127 IR 194. To obtain a good efficiency in the radiation, a chemical dosimetry was necessary to make, i.e. Fricke Dosimetry System, and a uniform dose of 1.210637 kGy/h and a minimum dose rate of 0,066559314 kGy/h was obtained. Experimental values have earned a great alignment with those reported as manufacturer design values.

1. Objetivos

Los principales objetivos prácticos de este trabajo fueron:

- Determinar la tasa de dosis en aire (kGy/h) en el irradiador Gammacell 220 Excel del Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN), para comprobar la reproducibilidad del sistema dosimétrico Fricke.

f Determinar la tasa de dosis mínima y máxima en el irradiador Gammabeam 197 IR194 con el producto en estudio que va ser procesado: pupas de *Ceratitis Capitata*.

f De acuerdo con los resultados obtenidos de la dosis máxima y mínima se determinará la uniformidad de dosis (Dmax/Dmin).

2. Introducción

La Unidad de Control Integrado de la Subdirección de Moscas de la Fruta y Proyectos Fitosanitarios tiene como finalidad controlar, contener, suprimir y/o erradicar la

plaga moscas de la fruta y de esta manera reducir las pérdidas económicas ocasionadas por la plaga [8].

El Sistema Nacional de Control Integrado es un proceso oficial que se sustenta en el conocimiento de la biología, morfología, comportamiento y ecología de la plaga. Se basa en la información que obtiene del Sistema de Vigilancia de moscas de la fruta. Asimismo, trabaja en actividades de comunicación dirigida a todos los agentes que intervienen en el proceso de control. Los procedimientos utilizados para el control integrado de moscas de la fruta son [12]:

2.1. Tipos de control

2.1.1. *Control Mecánico-Cultural*: nos permite reducir hasta un 60% en promedio las poblaciones de la plaga, el control cultural-mecánico está dirigido principalmente a destruir los estados inmaduros (larvas).

* Correspondencia autor: mlinares@ipen.gob.pe

Dentro de las actividades de control mecánico – cultural de las moscas de la fruta podemos citar: colecta y destrucción de frutos, rastrilleo y limpieza de frutos, podas de sanidad y períodos de campo limpio.

2.1.2. Control Químico: para el control químico de moscas de la fruta se utilizan:

Cebo tóxico: mezclas de insecticidas y atrayentes alimenticios específicos para estados adultos de moscas de la fruta. El cebo tóxico es asperjado en lugares y tiempos precisos permitiéndonos realizar un control altamente selectivo, presentado ventajas económicas y ecológicas [11]

2.1.3. Control etológico: es la utilización de técnicas de captura de insectos plaga, mediante las cuales se aprovecha el comportamiento y hábitos de vida del insecto para su control. Para el caso de moscas de la fruta se aprovechan sus hábitos alimenticios, especialmente de las hembras que ingieren sustancias ricas en proteínas y sienten atracción hacia sustancias nitrogenadas – amoniacales.

2.1.4. Control biológico: es la represión de las plagas mediante sus enemigos naturales; es decir, mediante la acción de predadores, parásitos y patógenos.

2.1.5. Control mediante la Técnica del Insecto Estéril (TIE): consiste en criar en grandes cantidades y en condiciones de laboratorio insectos para su posterior esterilización en estado pupal mediante radiaciones gamma.

La liberación de las moscas de la fruta estériles es la última actividad dentro de un proceso de erradicación y se inicia cuando se ha logrado llegar al status de escasa prevalencia de la plaga y se mantiene MTDs (moscas que caen a la trampa en un día) menores a 0.02 durante la temporada de fructificación de los principales hospedantes. El método de liberación se adopta de acuerdo con las características del área a liberar.

2.1.4. Control legal: es la aplicación de medidas que regulan la movilización de fruta producida en zonas con alta presencia de plagas hacia las zonas libres o de baja prevalencia. Las regulaciones fitosanitarias son obligatorias para el público en general, productores, transportistas, comerciantes y empacadores [9].

2.2 Aspectos técnicos del irradiador

El Gammabeam 127 (GB-127) está clasificado como un irradiador panorámico seco de Categoría ó Tipo II (Figura 1). Este equipo de Co-60 ha sido diseñado para la irradiación de pequeños lotes de productos. Sus características lo hacen muy eficiente para irradiar a dosis bajas, como es el caso de la irradiación de pupas de mosca de la fruta. También es ideal para irradiar, a escala piloto, alimentos que no requieren rangos de dosis altas ni rendimientos altos como es el caso de irradiadores industriales. Alrededor de la fuente de Co-60 del Gammabeam 127 se tiene instalado un total de 12 mesas giratorias. Cada mesa es ajustable en lo que respecta a la distancia fuente-producto, de manera que la dosis, el tiempo y el volumen del lote del producto puedan ser variados ampliamente. La configuración puede ser observada en la Figura 2 y 3.



Figura 1: Sala de control de la Planta GB-127.

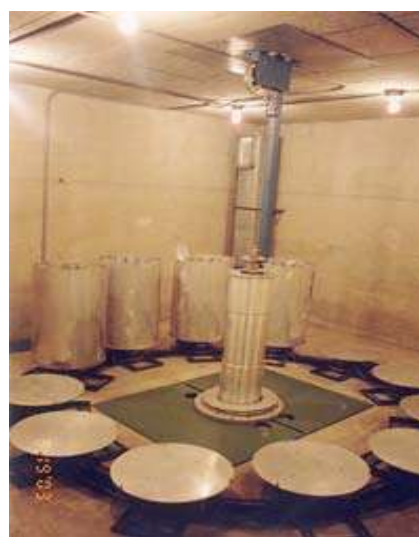


Figura 2: Configuración de las mesas en la Sala de Irradiación.

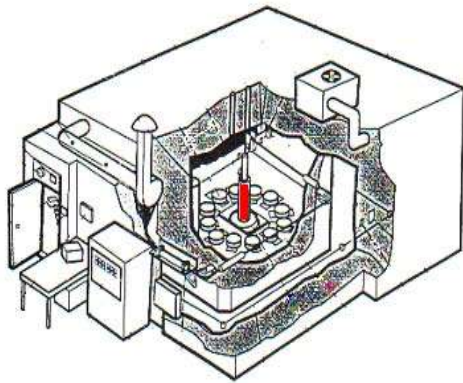


Figura 3: Vista de corte de la Planta GB-147

3. Metodología

La dosimetría se basa en la norma ASTM E1026-04 “Standard Practice for Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System” [1,2]. Antes de realizar la dosimetría en el equipo GB-147 se debe ejecutar una prueba dosimétrica en aire de la solución Fricke. Las irradiaciones se realizan en un punto referencial de la cámara de irradiación del equipo Gammacell 220 (Figura 4).



Figura 4: Posición de los dosímetros en Aire en Gammacell 220 Excel.

Dosimetría en el equipo Gammacell 220 Excel. Esta prueba se realizó en el IPEN, con el objetivo de verificar si la solución Fricke preparada era estable. Para lograr este paso, se irradia un número determinado de dosímetros en el equipo de irradiación Gammacell-220, los tiempos de irradiación fueron de: 15, 25, 35, 45 y 55 segundos; para cada tiempo de irradiación se emplearon 03 dosímetros, manteniéndose la posición de los mismos en el centro de la cámara. Los resultados obtenidos se graficaron y se obtuvo una regresión lineal (Tabla 1 y Gráfico 1). La tasa de dosis experimental es la pendiente de la curva obtenida de tiempo (s) vs. Dosis (kGy); posteriormente, se compara este resultado con los valores teórico-experimentales del fabricante del

Gammacell 220 [6]. La desviación debe ser menor al 3%.

Para la dosimetría Fricke en la Planta de Irradiación GB-147 con el producto (pupas de mosca), se irradia 05 lotes diferentes de pupas a un mismo tiempo de 105 minutos, se colocaron los dosímetros en diferentes posiciones en el producto, la ubicación de las mismas depende donde se encuentra la zona de dosis máxima y mínima ó de la curva isodósica del equipo de irradiación. Después de haber finalizado la irradiación de las ampulas con la solución dosimétrica las cuales fueron colocadas en las zonas de dosis mínima y máxima, son analizadas espectrográficamente, se lee la absorbancia de la solución irradiada a 303 nm en un espectrofotómetro Perkin Elmer modelo Lambda 2. Las condiciones de medición deben ser realizadas, de ser posible, a una temperatura constante [4].



Figura 5: Preparación de las muestras y dosímetros en el equipo GB-147

4. Resultados y Discusión

La dosimetría en aire utilizando el equipo Gammacell 220 Excel, se realizó el 09AGO2007 y las condiciones de trabajo fueron las siguientes:

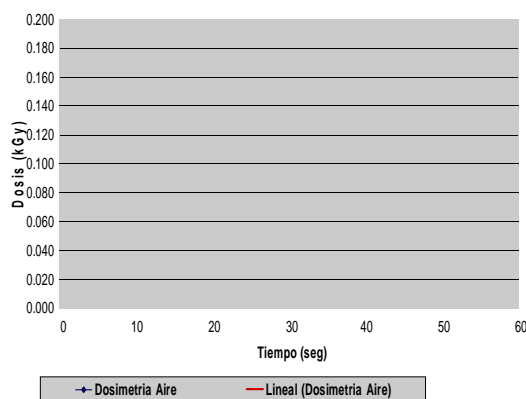
| | | |
|---|--------------------|---------|
| f | Temp. Irradiación: | 21,0 °C |
| f | Temp. Medición: | 20,0 °C |
| f | Temp. Ambiente: | 19,0 °C |

| | | |
|----------------------|---------------|---------|
| Factores de Cálculo: | | |
| f | Factor Dosis: | 0,27603 |
| f | Factor Dw: | 1,004 |
| f | Dosis Agua: | 0,27713 |

Tabla 1: Datos de la prueba de Irradiación en el equipo Gammacell 220 Excel.

| TIEMPO (s) | POSIC. | ΔA (Ai - A0) | DOSIS [kGy] | DOSIS CORREG. [kGy] | DOSIS PROM. [kGy] |
|---|--------------|----------------------|---------------|---------------------|-------------------|
| 15 | 1 | 0.193 | 0.053 | 0.056 | 0.055 |
| | 2 | 0.191 | 0.053 | 0.055 | |
| | 3 | 0.194 | 0.054 | 0.056 | |
| 25 | 4 | 0.300 | 0.083 | 0.086 | 0.087 |
| | 5 | 0.303 | 0.084 | 0.087 | |
| | 6 | 0.303 | 0.084 | 0.087 | |
| 35 | 7 | 0.419 | 0.116 | 0.121 | 0.120 |
| | 8 | 0.415 | 0.115 | 0.119 | |
| | 9 | 0.416 | 0.115 | 0.120 | |
| 45 | 10 | 0.525 | 0.145 | 0.151 | 0.151 |
| | 11 | 0.528 | 0.146 | 0.152 | |
| | 12 | 0.516 | 0.142 | 0.148 | |
| 55 | 13 | 0.634 | 0.175 | 0.182 | 0.183 |
| | 14 | 0.631 | 0.174 | 0.182 | |
| | 15 | 0.646 | 0.178 | 0.186 | |
| Estadísticas de la regresión | | | | | |
| Coeficiente de correlación múltiple | | | | 0.9999465 | |
| Coeficiente de determinación R ² | | | | 0.9998929 | |
| R ² ajustado | | | | 0.9998572 | |
| Error típico | | | | 0.0006034 | |
| Observaciones | | | | 5 | |
| | Coeficientes | Error típico | Estadístico t | | |
| Intercepción(a) | 0.00745 | 0.00072 | 10.34116 | | |
| Variable X 1(b) | 0.00319 | 0.00002 | 167.35900 | | |

Grafico N° 1
Linealidad de la Dosis Vs. Tiempo
Equipo Gammacell 220-IPEN



Tasa de dosis : 11,495766 kGy/h
+/- 0,2186001
Dosis Nordion : 11,34115 kGy/h
%Error Nordion : 1,363%

Resultados obtenidos en la Dosimetría realizada en el equipo Gammabeam 127 de SENASA:

f Temp. Irradiación: 18,6 °C
f Temp. Medición: 20,0 °C
f Temp. Ambiente: 19,0 °C

Factores de Cálculo:

f Factor Dosis: 0,27603

f Factor Dw: 1,004
f Dosis Agua: 0,27713
Peso Total del Cil. Mayor: 51,0 kg
Volumen Parcial Cil. Menor: 5,0 litros
Longitud de Onda : 302,0 nm

Tabla 2: Datos de la prueba de Dosimetría en el equipo GB 127 – SENASA.

| TIEMPO (min) | POSIC. | ΔA (Ai - A0) | DOSIS [kGy] | DOSIS CORREG. [kGy] | DOSIS PROM. [kGy] |
|--------------|--------|----------------------|-------------|---------------------|----------------------|
| 105 | 3 | 0.5120 | 0.14133 | 0.14787 | Dmax: |
| | 5 | 0.4890 | 0.13498 | 0.14123 | 0.14787 |
| | 6 | 0.3900 | 0.10765 | 0.11264 | Dmin: |
| 105 | 7 | 0.4440 | 0.12256 | 0.12823 | 0.11264 |
| | 3 | 0.4930 | 0.13608 | 0.14239 | Dmax: |
| | 5 | 0.4750 | 0.13111 | 0.13719 | 0.14239 |
| 105 | 6 | 0.4030 | 0.11124 | 0.11639 | Dmin: |
| | 7 | 0.4510 | 0.12449 | 0.13026 | 0.11639 |
| | 3 | 0.4840 | 0.13360 | 0.13979 | Dmax: |
| 105 | 5 | 0.4610 | 0.12725 | 0.13314 | 0.13979 |
| | 6 | 0.4070 | 0.11234 | 0.11755 | Dmin: |
| | 7 | 0.4620 | 0.12753 | 0.13343 | 0.11755 |
| 105 | 3 | 0.4320 | 0.11925 | 0.12477 | Dmax: |
| | 5 | 0.4640 | 0.12808 | 0.13401 | 0.13401 |
| | 6 | 0.4070 | 0.11234 | 0.11755 | Dmin: |
| 105 | 7 | 0.4320 | 0.11925 | 0.12477 | 0.11755 |
| | 6 | 0.4050 | 0.11179 | 0.11697 | Dprom/Min 0.11827 |
| | 6 | 0.4080 | 0.11262 | 0.11784 | |
| 6 | 0.4050 | 0.11179 | 0.11697 | | |
| 6 | 0.4200 | 0.11593 | 0.12130 | | |

El Valor promedio de la dosis mínima obtenida fue de 0,1164788 kGy y el promedio de la dosis máxima de 0,1410136. Como el tiempo de irradiación fue de 105 minutos, entonces la tasa dosis mínima obtenida fue de 0,066559314kGy/h y la tasa dosis máxima 0,080579184 kGy/h; llegándose a obtener una uniformidad dosis de 1,210637.

5. Conclusiones

f La prueba dosimétrica de la solución Fricke en el Irradiador Gammacell 220 Excel del IPEN, tuvo una variación de 1,363%, comparado con el valor experimental del fabricante. Las normas sugieren una variación máxima de menos del 3%; por lo tanto, se concluye que la solución puede ser utilizada como patrón para las diferentes pruebas dosimétricas realizadas en la fecha de prueba.

f La tasa de dosis mínima experimental encontrada fue de 0,066559 kGy/h, valor que permite calcular los tiempos necesarios para administrar diferentes dosis, en un cilindro de irradiación con pupas de *ceratitis capitata* con un volumen aproximado de 5,0l siendo el

centro superior del cilindro menor la ubicación de la dosis mínima.

- f La relación entre la dosis máxima y la dosis mínima fue de 1,210637 con un porcentaje de error comparado con el valor de diseño del equipo de 0,8864%.

6. Recomendaciones

Se debe realizar periódicamente una dosimetría en el equipo de irradiación Gammabeam 127 (GB-127), como mínimo una vez al año. Además si se desea irradiar otros tipos de productos diferentes a las pupas de la mosca de la fruta, también será necesario hacer una dosimetría en cada uno de ellos.

7. Referencias

- [1]. Fricke H, Hart E J. Chemical Dosimetry. In: Attix F, Roesch WC. Editors. Radiation Dosimetry. 2nd Edition, Vol 2. New York: Academic Press. p. 167-239, 1966.
- [2]. ASTM STANDARD: E 1026-04. Using the Fricke Reference Standard Dosimetry System.
- [3]. ASTM STANDARD: E 1538-99. Practice for use of the Ethanol-Chlorobenzene Dosimetry System.
- [4]. ASTM STANDARD: E 1400-95^a Standard Practice for Characterization and

Performance of a High-Dose Radiation Dosimetry Calibration Laboratory.

- [5]. International Organization for Standardization. Guide to Expression of
- [6]. AECL. Manual de Operación del Gammacell 220.
- [7]. Nordion Internacional Inc. Manual del Operador, Gammabeam 127. 1996.
- [8]. Centro de Producción de Mosca de la Fruta [homepage de Internet]. SENASA. Disponible en:
http://www.senasa.gob.pe/0/modulos/JER/JER_Interna.aspx?ARE=0&PFL=4&JER=351
- [9]. Salazar Torres J. Control de Plagas de los Cítricos. Servicio Nacional de Sanidad Agraria (SENASA - Perú).1999.
- [10] Aluja Schuneman M. Manejo Integrado de Mosca de la Fruta. México: Editorial Trillas. 1993.
- [11]. Portal Agrario [homepage de Internet]. Ministerio de Agricultura de Perú. Disponible en:http://www.portalagrario.gob.pe/plagas/doc_mosca.shtml<http://magropecuario.tripod.cl/revistamundoagropecuario/id3.html>
- [12]. SENASA – Ministerio de Agricultura del Perú. Manual del Sistema Nacional de Detección de Mosca de la Fruta. Parte I. La Mosca de la Fruta. 2001.

Lixiviación del ^{137}Cs en matrices cementadas

Mario Mallaupoma*

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

Abstract

The leaching rate of ^{137}Cs from the chemical treatment process in cement matrix has been studied. The solidification matrix was a standard Portland cement mixed with 5–10% of bentonite clay. The cement specimens were prepared from construction cement which is basically a standard Portland cement. The mixtures were cast into 50 mm diameter cylindrical molds with a height of 50 mm, which were then sealed and cured for 28 days prior to the leaching experiments. The leaching rates from the cement matrix for ^{137}Cs : 2×10^{-5} (cm/d), after 155 days were measured. The results presented in this paper are part of the results obtained in a 2 years concrete testing work which will be used for conditioning of sludge from the chemical precipitation of decontamination waste.

Keywords. Portland cement; Radioactive waste; Leaching rate; Waste management

1. Introducción

Considerando la operación del reactor de 10 Mw en el Perú, se espera que se produzcan líquidos radiactivos contaminados con cesio-137, según el correspondiente informe de seguridad. Estos contaminantes deben ser separados utilizando la técnica de precipitación química y luego los lodos producidos serán inmovilizados por cementación. Por ello resulta de suma importancia investigar la lixiviación del contaminante en la matriz cementada.

Aunque el proceso de cementación presenta algunas características desfavorables como son el material solidificante, baja reducción de volumen y relativamente alta lixiviación, también presenta algunas ventajas como son buena resistencia mecánica, bajo costo, fácil operación y estabilidad térmica y a la radiación. Se considera que el agregado de algunos aditivos puede ayudar a reducir la correspondiente lixiviación. Por esta razón, en el presente trabajo se ha investigado la lixiviación del cesio-137 en una matriz de cemento.

2. Materiales y Métodos

Las matrices de cemento fueron preparadas utilizando los diversos tipos de cemento comerciales que son utilizados en la construcción y las cuales básicamente son cemento Pórtland (64,18% CaO, 21,86 % SiO₂; 4,81% Al₂O₃; 3,23% Fe₂O₃; 0,65 % K₂O; 0,15% Na₂O; 2,41% SO₃ and 0,96% MgO). El cemento fue mezclado con 100 gramos de agua conteniendo cesio-137 y bentonita. Las mezclas fueron introducidas

en moldes cilíndricos de 50 mm de diámetro y una altura de 50 mm, los cuales fueron sellados y curados por 28 días antes de los experimentos de lixiviación.

Se realizaron más de 80 formulaciones de morteros que fueron examinadas para optimizar sus propiedades de porción. En el presente trabajo se muestran los resultados obtenidos de tres formulaciones representativas. La composición química del cemento y de los aditivos se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1: Composición química de la matriz de cemento.

| Muestras | | M1 | M2 | M3 |
|--------------------|------------------------|-----|-----|-----|
| Relación de mezcla | Cemento (g) | 293 | 263 | 263 |
| | Agua (ml) | 117 | 105 | 105 |
| | Arcilla (10%) (g) | -- | 41 | -- |
| | Bentonita (10%) (g) | -- | -- | 41 |
| | Actividad Cs-137 (MBq) | 80 | 71 | 71 |
| | Actividad Co-60 (MBq) | 107 | 96 | 96 |

3. Experimento

Las muestras para la prueba de lixiviación fueron preparadas de acuerdo con el procedimiento de la norma ISO 6961. La medición de la actividad del lixivante se realizó después de 1,3,7, 10, 14, 21 días y a partir de ese período cada semana por un mes y luego, cada mes hasta los 155 días. Para la

*Correspondencia autor: mmallaupoma@ipen.gob.pe

medición se utiliza un sistema multicanal con detector de Ioduro de sodio activado con talio. El volumen del lixiviante en cada período de lixiviación fue de 1100 ml.

4. Tratamiento matemático de los datos

Los resultados para la tasa de lixiviación se expresan en R_n (cm/d) :

$$R_n = \frac{(A_n \times V)}{(A_o \times S \times T_n)} \quad (1)$$

Donde: R_n es la tasa de lixiviación, A_n es la cantidad del radionucleido lixiviado en el espécimen (Bq), V es el volumen del espécimen(cm^3), S es el área superficial geométrica del espécimen inmerso en el lixiviante (cm^2) y T es el tiempo del n -th intervalo del lixiviante (d).

La fracción acumulada lixiviada, F_n , se calcula con la siguientes ecuación :

$$F_n = \frac{\sum_{i=1}^n A_n}{A_o} \quad (2)$$

Donde: F_n es la fracción acumulada lixiviada, A_n es la cantidad del radionucleido lixiviado en el intervalo n -th del lixiviante (Bq) y A_o es la cantidad del radionucleido en el espécimen (Bq).

5. Resultados y Discusión

Los resultados de las pruebas de lixiviación del lodo simulado inmovilizado producido en el tratamiento químico se presenta como tasa de lixiviación, R_n (cm/d) y asimismo se presenta la fracción lixiviada acumulada después de 155 días. La Tabla 2 muestra que los resultados son mejores en los casos de la matriz de cemento con 10% de bentonita.

Los resultados de las mediciones del espécimen se puede visualizar en la Tabla II. La variación de tasa de lixiviación y la fracción lixiviada acumulada del cesio 137 con el tiempo se puede ver en las figuras 1 y 2, respectivamente.

Tabla 2: Tasa de lixiviación y fracción acumulada lixiviada de ^{137}Cs de varias matrices cementadas.

| Day | W/C = 0.40 | | W/C = 0.40 + 10% clay | | W/C = 0.40 + 10% bentonita | |
|-----|------------|----------|-----------------------|----------|----------------------------|----------|
| | Cs - 137 | | Cs - 137 | | Cs - 137 | |
| | Rn (cm/d) | Fn | Rn (cm/d) | Fn | Rn (cm/d) | Fn |
| 1 | 5.21E-02 | 6.47E-02 | 3.69E-02 | 4.59E-02 | 2.57E-02 | 3.20E-02 |
| 3 | 1.36E-02 | 9.85E-02 | 8.80E-03 | 6.78E-02 | 4.43E-03 | 4.30E-02 |
| 7 | 5.00E-03 | 1.24E-01 | 3.50E-03 | 8.52E-02 | 2.34E-03 | 5.46E-02 |
| 10 | 5.90E-03 | 1.46E-01 | 1.10E-03 | 8.92E-02 | 1.14E-03 | 5.89E-02 |
| 14 | 4.30E-03 | 1.67E-01 | 8.00E-04 | 9.29E-02 | 4.40E-04 | 6.10E-02 |
| 21 | 2.30E-03 | 1.87E-01 | 4.00E-04 | 9.64E-02 | 2.00E-04 | 6.28E-02 |
| 28 | 2.20E-03 | 2.06E-01 | 3.00E-04 | 9.93E-02 | 2.10E-04 | 6.46E-02 |
| 35 | 8.00E-04 | 2.13E-01 | 3.00E-04 | 1.02E-01 | 1.10E-04 | 6.55E-02 |
| 65 | 1.60E-04 | 2.19E-01 | 6.00E-05 | 1.04E-01 | 2.00E-05 | 6.63E-02 |
| 95 | 1.40E-04 | 2.24E-01 | 6.00E-05 | 1.06E-01 | 2.00E-05 | 6.70E-02 |
| 126 | 1.30E-04 | 2.29E-01 | 5.00E-05 | 1.08E-01 | | |
| 155 | 1.20E-04 | 2.33E-01 | 4.00E-05 | 1.09E-01 | | |

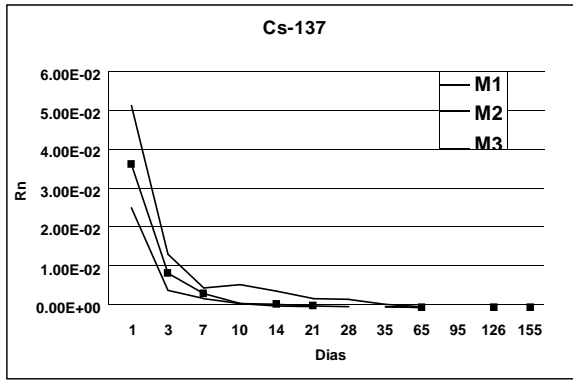


Figura 1: Tasa de lixiviación (Rn) de ¹³⁷Cs en varias matrices cementadas.

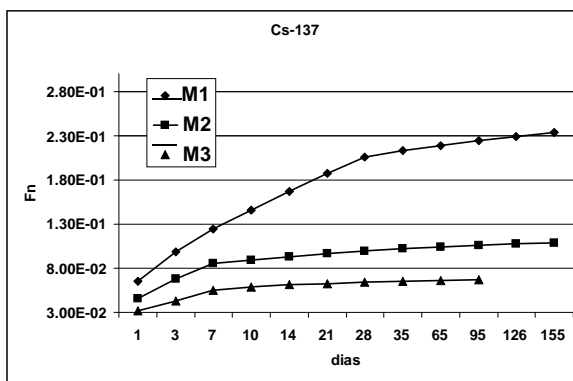


Figura 2: Fracción lixiviada acumulada de ¹³⁷Cs de varias matrices cementadas.

5. Conclusión

Considerando el proceso de inmovilización para residuos tratados se seleccionó el método de cementación. Los resultados muestran que la tasa de lixiviación en las matrices de cemento preparadas con aditivos de bentonita y arcillas fue relativamente baja.

6. Referencias

- [1] International Atomic Energy Agency. Chemical treatment of radioactive wastes. Technical Report Series No. 89, Vienna: Austria, 1968.
- [2] International Atomic Energy Agency. Treatment technologies for low and intermediate level wastes from nuclear applications. IAEA-TECDOC-929, Vienna: Austria; 1997.
- [3] International Atomic Energy Agency. Conditioning of low and intermediate level waste. Technical Report Series No. 222. Vienna: Austria; 1983.
- [4] International Atomic Energy Agency. Chemical precipitation processes for the Technical Report Series No. 337. Vienna: Austria; (1992).
- [5] International Atomic Energy Agency. Improved Cement Solidification of Low and intermediate level radioactive waste. Technical Report Series No. 350. Vienna: Austria; 1993.
- [6] International Atomic Energy Agency. Status of technology for volume reduction and treatment of low and intermediate level solid radioactive waste. Technical Report Series No.360. Vienna: Austria; 1994.
- [7] International Atomic Energy Agency. Advances in technologies for the treatment of low and intermediate level radioactive liquid wastes. Technical Report Series No .370. Vienna: Austria; 1994.

VII. Aspectos Generales

Red Iberoamericana de Laboratorios de Análisis de Radiactividad en Alimentos “RILARA”

Amanda Iglicki¹, Ana de Melo Ferreira², Isis Fernandez³, Luis Vásquez⁴, María de Lourdes Romero⁵, Jaime Aguirre⁶, José Osores^{7,*}, Yasmine Flores⁸

¹ Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. del Libertador 8250, Buenos Aires, Argentina

² Instituto de Radioprotección e Dosimetría, Av. Salvador Allende s/n, Río de Janeiro, Brasil

³ Centro de Protección e Higiene de las Radiaciones, Calle 20 No. 4113 e/41 y 47, La Habana, Cuba

⁴ Comisión Ecuatoriana de Energía Atómica, Calle Juan Larrea 534 y Riofrío, Quito, Ecuador

⁵ Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas, Av. Complutense 22, Madrid, España

⁶ Comisión Nacional de Seguridad Nuclear y Salvaguardias, Dr. Barragán 779, Ciudad de México, México

⁷ Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1460, Lima 41, Perú

⁸ Dirección de Energía Atómica, Ministerio del Poder Popular para la Energía y Petróleo, Caracas 1010, Venezuela

Resumen

Después del accidente de Chernobyl, muchos países afectados por la contaminación radiactiva establecieron normativas para regular la calidad radiológica de los alimentos en situaciones normales y accidentales y se planteó que la vigilancia y control de los alimentos se lleve a cabo no sólo después de ocurrido un accidente nuclear, a fin de que la industria alimentaria pueda asegurar a los consumidores que alimentos no superan los niveles de radiactividad establecidos. El aumento del intercambio comercial entre los países de Ibero América, ha incentivado la búsqueda de una armonización regional en todos los sentidos; por esta razón, con la participación de ocho países, en el año 2007 se constituyó el proyecto RILARA, con el objeto de promover el aseguramiento de la inocuidad radiológica de los alimentos, protegiendo así la salud de los consumidores y facilitando el comercio internacional entre los países iberoamericanos, al fortalecer y promover el desarrollo de los laboratorios analíticos dedicados al tema.

Abstract

After Chernobyl accident, many countries affected by radioactive contamination settled down normative to regulate the radiological quality of foods in normal and accidental situations and considered that the monitoring and control of foods are carried out not only after happened a nuclear accident, in order that the foods industry can assure, to the consumers which foods not surpass the radioactive levels established. The increase of the commercial interchange between the countries of Ibero-America, has stimulated the search of a regional harmonization in all the senses; for this reason, with the participation of eight countries, in the year 2007 the project RILARA was constituted with the intention of promoting the securing of the radiological innocuousness of foods, protecting therefore the health of the consumers was constituted and facilitating the international trade between the Latin American countries, when fortifying and promoting the development of the analytical laboratories dedicated to the subject.

1. Introducción

Todos los gobiernos son responsables de proteger a su población contra los peligros para la salud y los fraudes comerciales en el sector alimentario. Así pues, los suministros de alimentos han de protegerse para garantizar la calidad e inocuidad, las cuales se logran mediante los sistemas de control de alimentos. Como consecuencia del desarrollo de nuevas

tecnologías en el mundo, la mayoría de los países han ido adecuando sus sistemas normativos sanitarios relacionados con los alimentos con el objetivo de legislar sobre los nuevos contaminantes que involucran estos procesos. La descarga accidental de materiales radiactivos en el medio ambiente

* Correspondencia autor: josores@ipen.gob.pe

puede producir efectos significativos sobre el comercio de productos agrícolas y alimentos [1]. Así se ha hecho una práctica la vigilancia radiológica de alimentos y agua a fin de dar a los consumidores seguridades de inocuidad de los suministros alimentarios y facilitar el comercio nacional e internacional de alimentos [2,3,4]. Considerando la ampliación del comercio internacional entre los países iberoamericanos y la necesaria protección a los consumidores, los animales, las plantas y al medio ambiente en general, se hace necesario trabajar en reconocimiento mutuo de la vigilancia radiológica de alimentos objetos del comercio internacional, teniendo en cuenta las regulaciones vigentes en esta materia, tanto nacional como internacional. Dentro de este tema juega un papel protagónico el fortalecimiento e intercambio científico-técnico entre los laboratorios encargados del análisis de radiactividad en alimentos en la región.

La RILARA tiene como objetivo promover el aseguramiento de la inocuidad alimentaria en lo que respecta al tema de los contaminantes radiactivos, protegiendo así la salud de los consumidores y facilitando el comercio internacional entre los países iberoamericanos, al fortalecer y promover el desarrollo de los laboratorios analíticos dedicados al tema. Los objetivos específicos de la Red RILARA son los siguientes:

Lograr la equivalencia metodológica de los laboratorios de análisis de radiactividad en alimentos.

Promover la implementación de Sistemas de Gestión de Calidad equivalentes en los laboratorios de la Red.

Fortalecer la cooperación científico-técnica entre los países involucrados en la Red.

Organizar y promover programas de capacitación y educación continuos.

2. Metodología

La metodología propuesta para dar cumplimiento a los objetivos del proyecto consiste en desarrollar un sistema de información entre los laboratorios participantes, elaboración de criterios técnicos específicos relacionados con el trabajo de la red, prestar asesoría técnica a aquellos países que la necesiten y fomentar la capacitación

continua en la temática del control radiológico de los alimentos. Para esto se organizaron durante el año 2007 dos reuniones técnicas internacionales, la primera reunión de coordinadores y el primer taller interregional con participación de especialistas invitados de aquellos países con mayor experiencia en la temática.

Igualmente, se estableció el diseño de una página web que posibilite el intercambio científico-técnico entre los laboratorio participantes y permita fortalecer y promover el desarrollo e interacción de los laboratorios de la Red. La construcción de la página web y su administración estuvo a cargo de Brasil, habiendo asignado un presupuesto de 1300 euros para el año 2007 y la recopilación de las regulaciones, guías, normativas, publicaciones y documentos en general relacionados con el tema de la Red, así como los datos sobre los laboratorios estuvieron a cargo de Perú.

3. Resultados y Discusión

En la actualidad, muchos países han venido preocupándose por situaciones ligadas al deterioro de la salud (mayor incidencia de cáncer, alergias, problemas gastrointestinales, etc.), la calidad de los alimentos (agroquímicos, baja calidad nutricional) y la disminución de la producción agrícola, puesto que se ha demostrado la correlación directa entre la calidad de los alimentos consumidos y la salud de la población, remarcando que la calidad de los alimentos se entiende no solo por su estética externa sino sobre todo por su capacidad nutritiva [6].

Esta preocupación global ha generado la formación de redes integradas asociadas a la seguridad alimentaria y calidad de los alimentos que se consumen en nuestros países; así, se tiene la Red Peruana de Alimentación y Nutrición (r-PAN) que intenta buscar soluciones creativas para contribuir en la mejora del problema alimentario nutricional, teniendo como uno de sus temas prioritarios la seguridad alimentaria [7]; la Red de Cooperación Técnica sobre Sistemas de Vigilancia Alimentaria y Nutricional (SISVAN) que es un mecanismo de carácter técnico constituido por instituciones públicas, privadas o autónomas que tienen por finalidad fomentar el establecimiento y desarrollo de la

vigilancia alimentaria y nutricional vinculada a la política de seguridad alimentaria y aumentar progresivamente la capacidad tecnológica en base a la adopción del intercambio de experiencias y conocimientos entre países [8].

Si bien la red RILARA fue creada exclusivamente para integrar los laboratorios que desarrollan determinaciones de radionucleídos en alimentos, su alcance y estructura es parecida a la Red Interamericana de Laboratorios de Análisis de Alimentos (RILAA) cuya misión es promover la garantía de inocuidad y calidad de los alimentos en las región de las Américas para prevenir enfermedades transmitidas por los mismos, proteger la salud del consumidor y facilitar el comercio promoviendo y fortaleciendo el desarrollo e interacción de los laboratorios analíticos dentro del marco de programas nacionales integrados de protección de los alimentos [5]; esta red cubre todos los aspectos concernientes al análisis de parámetros físicos, químicos y microbiológicos, pero no considera el análisis de elementos radiactivos razón por la cual RILARA sirve de complemento para esta actividad.

La primera reunión de coordinadores del proyecto RILARA se llevó a cabo durante el mes de Abril del año 2007 en la ciudad de Quito, Ecuador, con la participación de representantes de siete países. En esta reunión, cada representante expuso la situación actual correspondiente al monitoreo y control radiológico de los alimentos en sus respectivos países, destacando que la mayoría cuenta con amplia experiencia en los ensayos por espectrometría gamma. Se constató la creciente necesidad de elaborar una estrategia internacional para la armonización de criterios y procedimientos, en el control radiológico de los alimentos. Igualmente se evidenció la necesidad de fortalecer las actividades de aquellos laboratorios que están comenzando a trabajar en el tema. Las capacidades analíticas de la red se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1: Capacidades Analíticas de RILARA.

| Grupo | Clasificación de Alimentos [9] | Radio Nucleídos |
|-------|-----------------------------------|--|
| I | Leche y derivados | H-3 Co-60 Sr-90 Y-90 I-131 Cs-134 Cs-137 Ra-226 |
| II | Carne, pescado y huevos | |
| III | Legumbres, frutos secos y patatas | |
| IV | Hortalizas | |
| V | Frutas | |
| VI | Cereales | |
| VII | Mantecas y aceites | |
| VIII | Bebidas | |

Durante el primer taller regional llevado a cabo en le mes de Noviembre del año 2007, se estableció que cada laboratorio debe evaluar la incertidumbre asociada a sus procedimientos de análisis (considerando todas las contribuciones a la incertidumbre combinada), de acuerdo con las normativas internacionales al respecto (ISO-GUM); además deberá evaluar el cálculo de los límites críticos (umbral de decisión y límite de detección) de sus procedimientos de análisis, de acuerdo con las normativas internacionales correspondientes (ISO-11929-7:2005). Para ello, se tomará como base el Informe Técnico 11.2003 del CSN [10].

Con referencia a la prestación del servicio, los laboratorios deberán conciliar con sus clientes la información que requieran en relación con la incertidumbre de ensayo, límites críticos y la capacidad de medida del método empleado para la ejecución del análisis (valor guía). En caso de que el cliente no esté en capacidad de suministrar esa información, el laboratorio deberá indicarle las distintas opciones de respuesta de sus ensayos, que se adecuen al fin que persigue.

Durante el mes de noviembre se realizó la presentación de la página web de RILARA con la finalidad de mantener actualizados a los especialistas interesados en la temática y al público en general acerca del trabajo que vienen realizando los laboratorios que conforman la red con relación al control de contaminantes radiactivos en alimentos (Figura 1).



Figura 1: Página web de RILARA
<http://www.rilara.com.br>

Los procedimientos más importantes, resultantes del Proyecto ARCAL LXXIX titulado “Armonización de los requisitos técnicos y específicos de calidad para el control de contaminantes radiactivos en alimentos” han sido publicados en la página web de RILARA a fin de que estén disponibles a todos los países interesados en implantar y/o mejorar sus procesos analíticos (Tabla 2).

Tabla 2: Procedimientos analíticos disponibles en la web RILARA.

| No. | Código | Procedimiento |
|-----|-------------------|-------------------------|
| 1 | PR/ARCAL LXXIX/04 | Sr-90–Y-90 en alimentos |
| 2 | PR/ARCAL LXXIX/05 | Ra-226 en aguas |
| 3 | PR/ARCAL LXXIX/06 | Emisores gamma |
| 4 | PR/ARCAL LXXIX/07 | H-3 en agua |
| 5 | PR/ARCAL LXXIX/07 | I-131 en leche |

4. Conclusiones

Luego del primer año de actividades de la red RILARA, se logró consolidar la formación de la red por medio de adecuadas vías de comunicación entre coordinadores nacionales, establecimiento de la página web como herramienta de difusión interregional y armonización de los métodos analíticos para la determinación de radionucleídos en alimentos.

Entre las principales conclusiones y actividades que deberán desarrollarse en el transcurso de los próximos años se tienen los siguientes:

- Cada país/laboratorio deberá establecer un consenso acerca de los criterios a seguir para despreciar las contribuciones de incertidumbre que, tras el cálculo, no

resulten significativas respecto al valor total de incertidumbre. Una vez establecido el criterio, el órgano acreditador deberá informar a los laboratorios en proceso de acreditación.

- Las instituciones participantes de la red que tengan páginas web utilizarán estas como una de las formas de divulgar la creación de la página web de RILARA y de la propia red.
- Deberá incluirse en la página web de RILARA un espacio de foro (*chat*) que permita el intercambio entre especialistas y otras personas interesadas en el tema de la red.
- Deberá incluirse en la página de inicio de la web alguna información que atraiga la atención acerca de la necesidad del control de contaminantes radiactivos en alimentos. En el foro todos los participantes deben sugerir ideas al respecto.
- Todos los miembros de la red, deben hacer una búsqueda de posibles patrocinadores que permitan en un futuro el mantenimiento de la página web de RILARA.
- Cada laboratorio participante de la red publicará en la página web de RILARA los programas informáticos que utilizan para el cálculo de actividad por espectrometría gamma, y comprobarán la adecuación de los mismos a las normativas internacionales vigentes para el cálculo de incertidumbres y límites críticos. Durante la reunión de coordinadores en España, programada para el año 2008, se evaluará la concordancia y en caso necesario, se tomarán las acciones correctivas pertinentes.
- Todos los participantes de la red revisarán el Procedimiento para el tratamiento previo de muestras de alimentos publicado en la página web de RILARA y harán las observaciones que crean necesarias con vistas a perfeccionar y armonizar este procedimiento a través del foro.
- Todos los integrantes de los equipos investigadores de RILARA que participen en algún Forum internacional relacionado con el control de contaminantes radiactivos en alimentos publicarán en la web de RILARA aquella información resultante del mismo.
- Todos los países pertenecientes a RILARA aportarán posibles vías y/o recursos para la obtención de una matriz de alimento y su preparación como Material de Referencia

para la determinación de radionucleidos en alimentos, en un futuro ejercicio de intercomparación entre los laboratorios de la red.

- Realización de seminarios nacionales en relación con los objetivos específicos del proyecto (al menos dos seminarios en cada país participantes durante la ejecución del proyecto con una participación mínima de 15 especialistas y/o técnicos relacionados con el tema).
- Realización de seminarios interregionales en relación con los objetivos específicos del proyecto (al menos dos seminarios durante la ejecución del proyecto con una participación mínima de 20 especialistas y/o técnicos relacionados con el tema).
- Reuniones de coordinación (al menos dos eventos durante la ejecución del proyecto con la participación de los coordinadores de cada país que integran la Red).
- Sostenibilidad de la Red después de finalizar la ayuda financiera del Programa CYTED. La Red, una vez concluido el proyecto, se sostendrá con la colaboración y el apoyo de cada uno de los países que la integran y los que en un futuro puedan sumarse a la misma.

5. Agradecimientos

Al Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el Desarrollo (CYTED) por el apoyo económico brindado para el financiamiento de las diferentes actividades del proyecto.

A la Comisión Ecuatoriana de Energía Nuclear y al Centro de Protección e Higiene de las Radiaciones de Cuba por el apoyo brindado durante el desarrollo de los eventos realizados en el año 2007.

6. Referencias

[1] Tortuga [homepage en Internet]. Amenazas radiactivas en nuestros alimentos: contaminación autorizada oficialmente en los alimentos por la CEE. Correo Tortuga. España. 2005. Disponible en:

http://www.nodo50.org/tortuga/article.php3?id_article=2683

[2] Quintana EE. Vigilancia Radiológica Ambiental. VI Jornadas de Ciencia, Tecnología y Medio Ambiente. [monografía

en Internet]. Trelew, Argentina. Octubre 2002. Disponible en:

<http://200.0.198.11/MenoriaT/MT-02/MT25-02.PDF>

[3] Fernández IM, Rodríguez GV, Carranza JA, Martínez N. Resultados de la vigilancia radiológica de los alimentos de importación en Cuba. En: Memorias del VI Congreso Regional sobre Seguridad Radiológica y Nuclear. Lima: Perú; 2003.

[4] Osores JM, Gonzáles S., Martínez J., López E., Jara R. Radiactividad en productos lácteos de Perú. Radiobiología. 2007; 7: 157-165.

[5] RILAA. [homepage en Internet]. Red Interamericana de Laboratorios de Análisis de Alimentos. 2007. Disponible en:

<http://www.panalimentos.org/rilaa/e/index.asp>

[6] RAAA. [homepage en Internet]. Foro Políticas Ambientales para una agricultura y alimentación sana. Red de acción en agricultura alternativa. 2007. Disponible en:

http://www.raaa.org/conversaalim_congre2007.html

[7] RPAN. [homepage en Internet]. Red Peruana de Alimentación y Nutrición. 2007. Disponible en:

<http://www.rpan.org/quienes.asp>

[8] SISVAN. [homepage en Internet]. Red de Cooperación Técnica sobre Sistemas de Vigilancia Alimentaria y Nutricional. 2007. Disponible en: <http://www.usach.cl/sisvan>

[9] Deporte y Nutrición. [homepage en Internet]. Alimentos, su origen y clasificación. 2007. Disponible en:

<http://www.deporteynutricion.net/Articulos/alimentacion-articulo26.aspx>

[10] Romero ML, Fernández MC, Gascó C, García-Toraño E, Gonzáles JA, Heras MC, Montero M, Núñez-Lagos R. Procedimiento para la evaluación de incertidumbres en la determinación de la radiactividad ambiental. Colección Informes Técnicos 11.2003. Serie Vigilancia Radiológica Ambiental. Procedimiento 1.4. Consejo de Seguridad Nuclear. España. 2003. 91 p.

Sistema “Labconco SADQ-I”

José Pardo^{1,*}, Ever Cifuentes², Guilmer Agurto³, Buenaventura Guevara³

¹ Departamento de Mantenimiento, Planta de Producción de Radioisótopos. IPEN, Lima 41, Perú

² Dirección de Investigación y Desarrollo (INDE). IPEN, Lima 41, Perú

³ Departamento de Producción, Planta de Producción de Radioisótopos. IPEN, Lima 41, Perú

Resumen

El presente proyecto tiene por finalidad el desarrollo e implementación, a bajo costo, de un sistema de supervisión y monitoreo por computadora [1] para el proceso de liofilización de los Agentes para Radiodiagnóstico (ARD), que se producen en la Planta de Producción de Radioisótopos del IPEN con el equipo de liofilización marca Labconco modelo Cat. 7948001. Actualmente, el equipo no permite el registro y almacenamiento de los datos del proceso de liofilización los cuales son de vital importancia a fin de estandarizar los procesos de liofilización e incrementar la calidad de los ARDs. El sistema permite monitorear 6 señales analógicas que son digitalizadas e ingresadas a través del puerto paralelo de una PC, siendo 4 señales de temperatura, 1 señal de presión y 1 señal que monitorea el estado del proceso. Las señales son presentadas como curvas en los paneles de visualización realizados con el programa Labview.

Abstract

This project aims to develop at low cost, a system of monitoring and supervision by computer [1], for the lyophilization process of agents for radiodiagnostic (ARD), which occur in the Plant Production Radioisotopes -IPEN- with the team mark lyophilization Labconco model Cat.7948001. Currently the team does not allow the registration and storage data during process lyophilized, which is vital in order to standardize the parameters in to different processes of lyophilization, for increasing the quality of the our products (ARD). The system allows 6 monitor analog signals that are digitized and acquired through the parallel port of a PC, 4 signals temperature, 1 signal pressure and 1 monitoring signal of the status the process. These signals are displayed in several panels of the program developed in LabView.

1. Introducción

El proyecto integra dos aspectos, la parte de hardware, cuya función es captar las señales generadas por los sensores durante el proceso de liofilización, las que deben ser previamente acondicionadas y preamplificadas; posteriormente, son digitalizadas y enviadas a la PC a través del puerto paralelo (estándar IEEE 1284) [2]. Para ello, se utiliza un circuito conversor ADC 0808 (de 8 canales de 8 bit) [3].

El otro aspecto es el software desarrollado con el Labview 6.i [4], el cual simula la consola del liofilizador Labconco, controla y gobierna el puerto paralelo de la PC. Adicionalmente, realiza la presentación de las señales digitalizadas de manera individual o grupal por canal, en los diferentes paneles y almacena los datos adquiridos.

2. Desarrollo del trabajo

El proyecto está conformado por:

2.1 Hardware

Integrado por dispositivos electrónicos que permite captar las señales físicas del exterior (proceso), convertirlas en señales digitales y enviarlas al puerto paralelo para ser adquiridas por el sistema “Labconco SADQ-I”.

El esquema básico se compone de:

- Acondicionamiento de la señal.
- Conversión Análogo-Digital de las señales.

2.1.1. Acondicionamiento de la señal

Las señales que han sido acondicionadas corresponden a las de temperatura, las cuales tienen el siguiente rango de salida del equipo [5]:

$$\begin{aligned} 40^{\circ} \text{ C} &\cong 4.600 \text{ VDC} \\ 0^{\circ} \text{ C} &\cong 4.016 \text{ VDC} \\ -34^{\circ} \text{ C} &\cong 3.520 \text{ VDC} \end{aligned}$$

* Correspondencia autor: jpardo@ipen.gob.pe

La relación de acondicionamiento es la siguiente:

- 34° C \cong 0 VDC
- 40° C \cong 4.968 VDC

Con la finalidad de obtener una máxima resolución en la toma de los datos, se ha implementado el circuito de acondicionamiento mostrado en la figura 1.

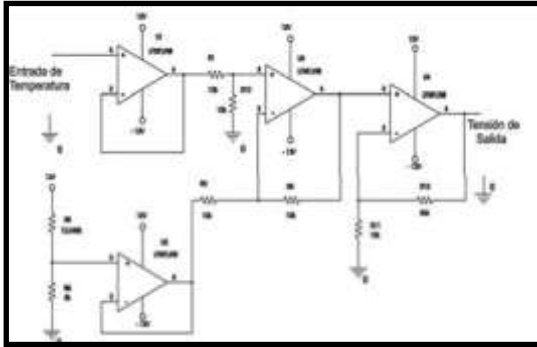


Figura 1: Circuito de acondicionamiento de señal.

2.1.2. Conversión Análogo-Digital

El circuito electrónico básico, está compuesto de un conversor ADC 0808 y un circuito integrado DM74LS00.

En el conversor ADC 0808, los canales son seleccionados mediante la combinación de 3 señales del bus de control del puerto paralelo, el inicio de la conversión análogo - digital es controlado también por una señal del bus de control (Pines 14, 16 y 17).

La señal de fin de conversión (INTR) es ingresada al puerto a través del pin 10 del bus de Estado. Los datos digitalizados son ingresados al puerto paralelo a través del bus de datos (Pines 2 al 9), tal como se muestra en la figura 2.

El ADC 0808 necesita de una señal de reloj de 600 KHz, para la conversión, el cual se realizó con el circuito integrado DM74LS00.

Los voltajes de trabajo de los componentes electrónicos son:

- Circuito integrado DM74S00
 - 12 Vcc
 - +12 Vcc
- Conversor ADC 0808
 - +5 Vcc

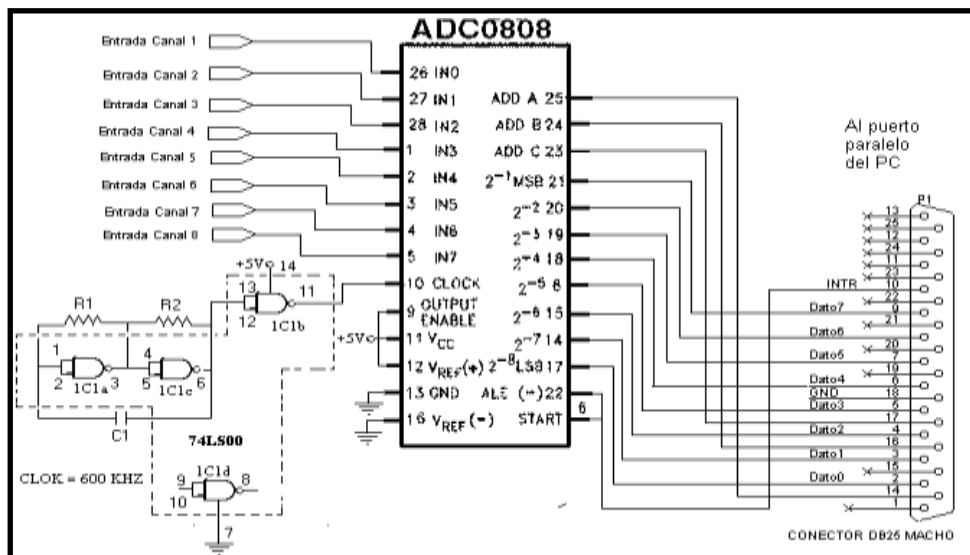


Figura 2: Diagrama electrónico del hardware.

2.2 Desarrollo del Software

La PC utilizada, es de arquitectura Pentium IV, de 1.5 GHz de velocidad de reloj, el puerto paralelo de la placa madre se encuentra configurado en modo automático-bidireccional.

El programa desarrollado permite controlar y administrar, mediante las funciones pre diseñadas de lectura/escritura para puerto paralelo del Labview 6.i (Port I/O), la adquisición de los datos generados por los sensores del liofilizador Labconco durante su operación.

El programa consta de tres módulos secuenciales, el primer módulo genera las señales de control para la escritura y lectura en el puerto (selección de canales, control de la conversión y el envío de las señales digitalizadas al puerto de la PC para su adquisición), según protocolo establecido en las fichas técnicas de los componentes electrónicos utilizados.

El segundo módulo se encarga de leer los datos de la memoria, decodificarlos

(procedencia del canal de datos) y mostrarlos en el panel de la pantalla para su visualización.

Este módulo también almacena en línea, los datos de los seis canales en un archivo de extensión *.xls (para su posterior interpretación y análisis) junto con los datos complementarios del proceso, como el nombre del operador, producto, hora de inicio, hora de finalización del proceso, etc. tal como se observa en la figura 3.



Figura 3: Panel principal de “Labconco SADQ-I”.

El tercer módulo administra la presentación de las señales adquiridas por el puerto paralelo y las muestras en los distintos paneles que conforman el sistema Labconco SADQ-I.

En la figura 4 se observa los módulos y el programa fuente del sistema desarrollado en el lenguaje gráfico Labview 6.i.

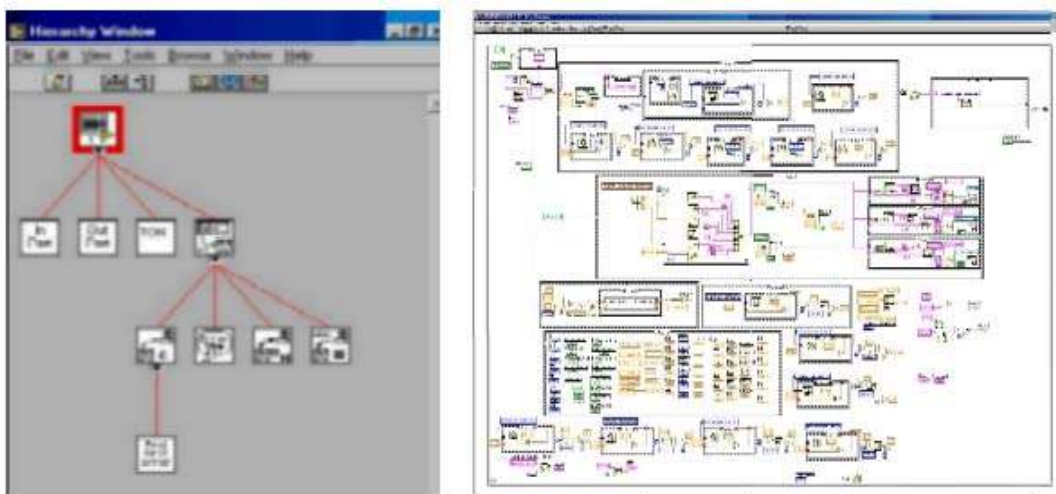


Figura 4: Módulos y programa fuente de “Labconco SADQ-I”.

3. Resultados y Discusión

- Se ha diseñado un sistema que permite supervisar y monitorear el proceso de liofilizado en forma automática, obteniendo el registro de los parámetros a través de todo el proceso.

- El equipo ha sido probado por un período de 3 días consecutivos, creando diferentes archivos en Excel donde se registraron las diferentes variables, obteniéndose gráficos como el observado en la figura 5.

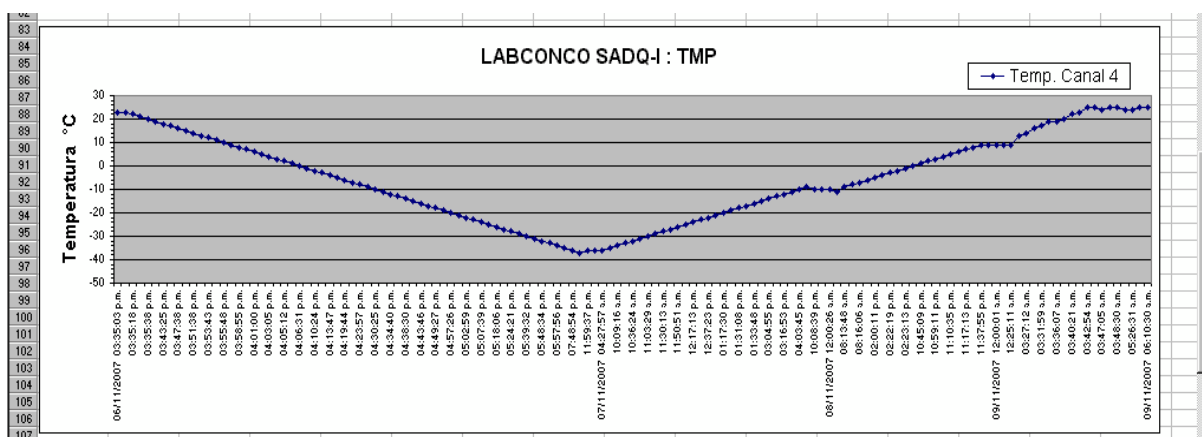


Figura 5: Gráfica de datos adquiridos por el canal 4 del sistema "Labconco SADQ-I".

4. Conclusiones

- Se ha obtenido un sistema de bajo costo, que permite supervisar y registrar los datos del proceso de liofilización, sin la asistencia del operador.
- El sistema identifica el comportamiento térmico durante el proceso de liofilización de los agentes de radiodiagnóstico.
- Permite crear una base de datos confiable de los agentes de radiodiagnóstico,
- Optimiza las condiciones de liofilización.
- Facilita la trazabilidad de los procesos.

5. Agradecimientos

Agradecemos a las Direcciones Generales de Producción e Investigación y Desarrollo del IPEN, por las facilidades otorgadas para la realización del presente trabajo.

6. Bibliografía

- [1] Cifuentes E, Pardo J. Sistema de Adquisición y Monitoreo de Procesos "SADQ-I". Revista Electrónica - UNMSM. 2007 Ago; 19:3-6.
- [2] Axelson Jan. Parallel Port Complete: Programming, Interfacing & Using the PC'S Parallel Printer Port. 1996.
- [3] Semiconductor Insights [home page Internet]. 2007; Disponible en: <http://www.semiconductor.com>
- [4] NI Labview. User Manual. 2000.
- [5] FreeZone Stopping Tray Dryer Model 79480: Instruction manual. p. 20-27.

Tecnología de radiotrazadores aplicado a la conservación del medio ambiente en el sector minero-metalúrgico

Jorge Condori*

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

Resumen

El principal objetivo del proyecto PER/2/015: “Tecnología de radiotrazadores aplicada a la conservación del medio ambiente en el sector minero-metalúrgico”, fue la de aplicar las técnicas de trazadores isotópicos para evaluar las fuentes potenciales de contaminación debido a las actividades mineras, a fin de establecer prácticas limpias en la industria minero-metalúrgica. El proyecto se inició en 2003 y finalizó en el 2007. El Organismo Internacional de Energía Atómica contribuyó con: tres becas de capacitación, una visita científica y cuatro equipos como: Espectrómetro de Absorción Atómica, Contador de Centelleo Líquido, Espectrómetro Gamma y Espectrómetro de Fluorescencia de R-X. Los principales resultados del proyecto fueron: (a) Niveles de contaminación de sedimentos del río Rímac (Lima) evaluados (b) Capacidad analítica de los laboratorios mejorada; c) Hidrodinámica de aguas subterráneas de cinco minas estudiadas; d) Personal entrenado.

Abstract

The main objective of the project PER/2/015: “Radiotracer Technology Applied to Conservation of the Environment in the Mining and Mineral Sector”, was to apply isotopic tracer techniques to determine contamination levels arising from mining activities in order to establish clean operating practices in the mining and minerals industries. The project begun in 2003 and finalized in 2007. The International Atomic Energy Agency contributed with: three fellowship training awards, one scientific visit and four equipments such as: atomic absorption spectrometer, liquid scintillation counter, gamma spectrometer and X ray fluorescence spectrometer. The main outcomes of the project were: (a) The concentrations of arsenic and other polluting elements in sediments of the Rímac river (Lima), in the mining zone of the central uplands, have been evaluated (b) analytical capability of the laboratories improved (c) the hydrodynamics of underground waters of five mines studied; (d) personal trained.

1. Introducción

La industria minero - metalúrgica es uno de los sectores productivos más importantes del Perú; sin embargo, esta actividad ha venido ocasionando serios problemas al medio ambiente, debido a la migración y dispersión de desechos líquidos y sólidos, así como la emisión de gases y partículas en suspensión contaminantes derivados de las operaciones minero-metalúrgicas, las cuales han deteriorado las labores agropecuarias, afectando áreas aptas para la agricultura, contaminando aguas superficiales (ríos, lagos y manantiales) y subterráneas, erosión, pérdida de capacidad productiva de la tierra, deterioro de ecosistemas, áreas naturales protegidas, generación de enfermedades bronco pulmonares y envenenamiento, entre otros factores que disminuyen la calidad del medio ambiente y por ende la calidad de vida.

A pesar de la dación de legislación minero-ambiental; entre ellas, la Ley Marco del Sistema Nacional de Gestión y revisión del Código del Medio Ambiente y los Recursos Naturales, los problemas persisten.

En este contexto, el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN), un Organismo Descentralizado del Sector Energía y Minas del Perú, ha ejecutado el Proyecto PER/2/015: “Tecnología de Radiotrazadores Aplicada a la Conservación del Medio Ambiente en el Sector Minero Metalúrgico”, bajo el auspicio del Organismo Internacional de Energía Atómica.

Objetivo

El principal objetivo de este proyecto fue la “Aplicación de la tecnología de trazadores artificiales e isótopos ambientales para

* Correspondencia autor: jcondori@ipen.gob.pe

evaluar las fuentes potenciales de contaminación debido a las actividades mineras, con la finalidad de disponer de mayor información técnica como soporte para la toma de decisiones sobre explotación y procesamiento en condiciones ambientalmente limpias". El objetivo específico del proyecto ha sido la de caracterizar el problema de contaminación ambiental, contribuyendo así al cumplimiento de las políticas de gestión y normatividad para la conservación del medio ambiente, utilizando la información del proyecto, de tal modo se logre fomentar la conciencia ecológica acerca de la importancia de la conservación del medio ambiente, minimizando las emisiones.

2. Metodología

En la ejecución del proyecto se aplicó la tecnología de trazadores ambientales y radiotrazadores, con los que se evaluaron el origen y dispersión de contaminantes producidos por los relaves mineros en filtraciones y en aguas subterráneas, mediante análisis de Oxígeno-18 y Deuterio, así como la de Tritio, Carbono-14 y Yodo-131.

Los niveles de contaminación por elementos químicos tóxicos, metales pesados y radiactivos del aire, agua y suelo han sido evaluados mediante las técnicas analíticas nucleares como el Análisis por Activación Neutrónica (NAA), Fluorescencia de Rayos X en Energía Dispersiva (EDXRF), Fluorescencia de Rayos X en Reflexión Total (TRXRF) y Espectrometría por Absorción Atómica (AAS).

3. Resultados

Entre los principales resultados de este proyecto se tienen:

- Se ha logrado fortalecer la capacidad analítica de los laboratorios del Centro Nuclear de Huarangal del IPEN, habiéndose instalado y puesto en operación los siguientes equipos: Equipo de espectrometría gamma automatizada, Canberra Packard, empleada en las técnicas analítica nuclear por activación neutrónica; Equipo de fluorescencia de Rayos -X , marca Panalytical Epsilon 5; un sistema de de espectrometría de Absorción Atómica Analyst 800; un Contador de Centelleo Líquido de baja actividad, Perkin Elmer, modelo Tri-Carb 3100TR.

- Se ha capacitado a cuatro profesionales de IPEN, a fin de tener una mejor capacidad de respuesta para la realización de investigaciones científicas y aplicadas relacionadas con la conservación del medio ambiente en el sector minero metalúrgico.

- Han sido evaluados las concentraciones de arsénico y de elementos contaminantes en sedimentos de los ríos Rímac y Aruri, de la zona minera de la sierra central. La información generada ha servido para que las empresas procesadoras de agua potable tomen las medidas de remediación correspondiente.

- Han sido determinadas las características de las filtraciones de relaves en dos minas ubicadas en la Regiones de Cajamarca y Arequipa, con la cual se elaboraron los planes de cierre de mina y de conservación ambiental, respectivamente.

- Fueron ejecutados tres estudios de la hidrodinámica de aguas subterráneas en minas ubicadas en la Regiones Puno, Cajamarca y en la sierra noreste de Lima. Estos estudios determinaron la procedencia de las filtraciones de agua en las labores mineras y consecuentemente han servido para tomar las medidas de remediación ambiental, con el fin de optimizar la producción minera.

Los beneficiarios preliminares directos de este proyecto abarcan a cinco empresas mineras y una empresa procesadora de agua potable. Entre los beneficiarios indirectos se estima a la población de Lima Metropolitana de aproximadamente 8 millones de habitantes, y a las poblaciones aledañas a los centros mineros de Cajamarca, Puno, Junín y Arequipa, estimadas en 600 habitantes.

Por su envergadura, este proyecto tiene un horizonte de retorno de resultados muy prometedor, considerando que el Perú es un país minero por excelencia y debido a la presencia de pasivos ambientales a gran escala que requieren una evaluación adecuada para su remediación.

Asimismo, el proyecto tiene resultados colaterales, como el establecimiento de laboratorios analíticos debidamente equipados al servicio de la comunidad nacional.

4. Conclusiones

- El proyecto PER2/015 , desde la etapa de diseño e implementación, ha venido generando resultados relevantes desde el punto de vista económico y social en beneficio de la conservación del medio ambiente del sector minero metalúrgico, habiéndose evaluado cinco unidades mineras empleándose intensivamente la tecnología de radiotrazadores artificiales, isotópicas y analíticas.
- La implementación de los laboratorios analíticos del IPEN, con equipos de última generación y la capacitación del personal técnico, permitirán la sostenibilidad del proyecto.

5. Agradecimientos

Al Organismo Internacional de Energía Atómica por la Cooperación Técnica.

Al Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN), por ser ente ejecutor del proyecto a través de la Dirección de Aplicaciones.

Al personal de la Dirección de Aplicaciones, quienes llevaron a cabo los estudios de evaluación ambiental.

A la Planta de Producción de Radioisótopos del IPEN por proveer al proyecto de material radiactivo, empleado como radiotrazador.

A las empresas mineras que confiaron en la capacidad técnica del IPEN.

6. Bibliografía

[1]. IAEA. Full Project Status Report. PER/2/015. Vienna: Austria, 2008.

[2]. Caillot Alain. La radioactivité au service de l'industrie et de l'environnement. Editions TEC & DOC. París, 2002.

[3]. UNESCO – IAEA. Isótopos ambientales en el ciclo hidrológico, principios y aplicaciones. IHP-V Technical Documents in Hydrology, No. 39. Mook WG, editor. España: Madrid, 2002.

[4]. Valencia J, Maghella G, Mamani E. Informe de Servicio Tecnológico N° 001-04-APLI/HIIS. IPEN. Lima: Perú, 2004.

[5]. Valencia J, Rojas R, Mamani E. Informe de Servicio Tecnológico N° 002-04-APLI/HIIS. IPEN. Lima: Perú, 2004.

La química analítica y la investigación en el Perú

Blanca Torres*

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

Resumen

El avance científico a nivel mundial está desarrollando programas de investigación en nanotecnología, genómica, biología molecular, cáncer y otros. Frente a estos avances se requiere una mente abierta en términos de oportunidades, fortalezas y debilidades de las técnicas analíticas para afrontar y desarrollar estas áreas. Son importantes las alianzas estratégicas entre la industria y las instituciones de investigación para que los laboratorios de química analítica interactúen logrando beneficios mutuos que incluyan capacidad humana, colaboración en la investigación, equipos, oportunidades de trabajo y consultoría. En este contexto la química analítica juega un papel muy importante poniendo a disposición métodos analíticos los cuales deben ser desarrollados para satisfacer necesidades del país, informando resultados exactos y confiables. La investigación en el Perú, se lleva a cabo generalmente en instituciones creadas por el estado y universidades, ocasionalmente es realizada por algunas industrias. En el caso de las instituciones gubernamentales las investigaciones están dirigidas a temas relacionadas con la salud, medioambiente, control, regulación y con el proceso productivo de los recursos naturales; en las universidades esta dirigida a las ciencias básicas y en las industrias a resolver problemas de producción. La industria peruana requiere de temas de investigación de corto plazo que solucionen problemas productivos en cuanto a calidad, cantidad y menor costo. En este sentido la tendencia de los avances de la química analítica ha seguido un ritmo normal, salvo cuando se inició la era cibernética y paralelamente se comenzó a desarrollar las técnicas analíticas nucleares. Las técnicas analíticas nucleares por sus características se ajustan a requerimientos del avance científico y necesidades de la industria en general. El Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN) ha desarrollado algunas técnicas y los ha puesto al servicio del país.

Abstract

The scientific breakthrough is developing a global research programs in nanotechnology, genomics, cancer, molecular biology and others. Faced with these development requires open minds in terms of opportunities, strengths and weakness of analytical techniques to address and develop these areas. Important strategic stakeholders between industry and research institutions for analytical chemistry laboratories interact achieving mutual benefits that include human capacity, collaborative research, equipment, job opportunities and consulting. In this context the analytical chemistry plays an important role by providing analytical methods which should be developed to meet the needs of the country to report accurate and reliable results. The research in Perú, generally takes place in governmental institution and universities, is occasionally carried out by industries. In the case of institutions, investigations are usually directed to issues to health, environment, and the productive process of natural resources; in universities is aimed at basic science and industry solve problems of the sectors productive. The Peruvian industry requires research topics of short-term fix problems productive in terms of quality, quantity and lower cost. In this sense the trend of advances in analytical chemistry has followed a normal pace, except when it was launched the cyber-age and began in parallel to develop nuclear analytical techniques. The nuclear techniques for their characteristics are consistent with requirements of scientific progress and needs of industry in general. Peruvian Institute of Nuclear Energy (IPEN) has developed some techniques and puts the service of the country.

1. Introducción

La ciencia y la tecnología se está orientando a resolver los grandes problemas que aquejan a la humanidad, por tal razón, se está creando nuevos materiales, nuevas fuentes de energía, tecnologías limpias y eficientes. Así mismo, se están abordando tópicos modernos tales como la bioquímica analítica, técnicas

genéticas, química del medio ambiente, diagnóstico médico, nanoanálisis, análisis de procesos industriales, metrología, manejo de desechos, etc.

La bioingeniería, que se centra en la biología molecular promete nuevos avances de gran

* Correspondencia autor: btorres@ipen.gob.pe

alcance que abrirán caminos completamente nuevos para la agricultura, la medicina y la salud.

La investigación en el Perú se desarrolla generalmente en las universidades e institutos de investigación estatal, orientados a la investigación básica, aplicada y a objetivos específicos de cada centro de investigación.

Las principales fuentes de financiamiento son: Presupuesto Nacional, ingresos propios y por aportes de convenios o cooperación técnica nacional o internacional.

Este escaso presupuesto exige creatividad de los científicos para sostener el ritmo del avance de la ciencia y tecnología.

2. Necesidades del país

El Perú necesita del dialogo con las comunidades científicas internacionales y beneficiarse del intercambio de conocimiento de mayor avance internacional. Orientar la investigación hacia la adopción de nuevas tecnologías desarrolladas a nivel mundial para adecuarlas a nuestra realidad y satisfacer las necesidades del país.

Realizar proyectos multidisciplinarios competitivos para dar valor agregado y acceder con facilidad al mercado nacional e internacional. Empezar proyectos tendientes a aliviar la pobreza, nutrición y salud del país.

La industria requiere temas de investigación de corto plazo que solucionen problemas productivos relacionados con la calidad, cantidad y menor costo. También es necesario comprometer una mayor participación del sector privado en las actividades de ciencia y tecnología.

2.1 Infraestructura

Los laboratorios disponibles en los centros de investigación como universidades y empresas constituyen la infraestructura física nacional para apoyar el desarrollo de la ciencia y tecnología. En términos generales, se puede decir que la infraestructura disponible es insuficiente y obsoleta salvo excepciones. Considerando que los presupuestos son exigüos se hace necesario ofrecer servicios analíticos o acceder a alianzas estratégicas.

2.2 Alianzas estratégicas

Las alianzas estratégicas tienen como objetivos principales la cooperación tecnológica científica para la ejecución de

proyectos, servicios de consultoría, estudios científicos, intercambio de especialistas y estudiantes. En ese sentido, los laboratorios analíticos requieren pactar alianzas estratégicas con la industria y las instituciones. La interacción mutua puede ser altamente beneficiosa de muchas maneras incluyendo la capacidad humana, la colaboración en la investigación, posibilidades de empleo, instrumentos compartidos y consultorías.

2.3 Red de investigación

En el Perú no hay redes de investigación formalmente constituidas. En la mayoría de las universidades se hacen trabajos aislados inclusive repetitivos, dispersión en muchas líneas de investigación, esto ocurre lo mismo en los laboratorios de investigación por lo que se hace necesario crear un foro de participación y consulta.

2.4 Áreas de investigación

Áreas de investigación necesarias para el país:

- Ciencias de los materiales (caracterización de materiales), nanotecnología.
- Agropecuarios y agroindustria (certificación de productos).
- Hidrobiología control de calidad en productos hidrobiológicos.
- Geología y minería (tierras raras, metales preciosos).
- Hidrocarburos y gas (energía).
- Biotecnología (biorremediación).
- Impacto ambiental (control y regulación de elementos tóxicos traza y ultra traza).
- Salud (cáncer, implantes, genómica).

2.5 Calidad en investigación

La calidad en investigación concierne a la calidad de los métodos empleados. Promover la calidad en investigación es tratar de mejorar en forma continua las prácticas de investigación y permitir:

- Garantizar los resultados y productos de la investigación.
- Asegurar la trazabilidad de los procesos y actividades de investigación.

No trata de la calidad **DE** la investigación, pues esta se evalúa por "pares" en los campos de investigación de cada área científica. La calidad en un centro de investigación debería aplicarse a todo el conjunto de actores movilizados de forma colectiva según su competencia para alcanzar objetivos comunes.

Por tanto, debe percibirse los beneficios y logros y deben compensarse la inversión en tiempos y otros medios consagrada a la calidad EN investigación.

2.6 Red de laboratorios de química analítica

A través de este servicio se podrá:

- Consultar las posibilidades de ensayo y calibración de los laboratorios que integran la red, así como los equipos disponibles y técnicas calificadas en los distintos métodos de ensayo.
- Acceder a información de eventos, jornadas así como de fuentes externas de interés para los laboratorios.
- Participar en foros técnicos y realizar consultas específicas entre los profesionales que integran la red.

3. Rol de la química analítica

Brindar a la comunidad científica y a la industria la posibilidad de acceder a un servicio de análisis químico de alta precisión, confiable y trazable a estándares internacionales. Para este fin, se deberá contar con el respaldo de un sólido nivel profesional con vasta experiencia y la dinámica será siempre desarrollar e implementar nuevas tecnologías analíticas que permitan cubrir las necesidades originadas por nuevos proyectos.

4. Tendencias de la química analítica

Actualmente se están desarrollando trabajos relacionados con:

- Determinación de elementos ultra trazas que puedan haber pérdidas por disolución o digestión.
- Análisis no destructivos de muestras preciosas o únicas.
- Especiación en muestras ambientales: Cr, As, Hg.
- Tierras raras en minerales y concentrados. Análisis con límites de detección por debajo de los máximos permisibles.
- Análisis en poca cantidad de muestra (experimentos) y con alto grado de inhomogeneidad.
- Determinación de elementos in vivo (nanomedicina).
- Determinación de elementos en el campo de la nanotecnología.

- Alta linealidad, muestras en el cual las concentraciones pueden variar en algunas ordenes de magnitud.
- Certificación de productos de acuerdo con las normas nacionales e internacionales.
- Desarrollo de materiales de referencia para el control de la calidad y trazabilidad.

5. Técnicas analíticas nucleares en el Perú

El IPEN está capacitado para desarrollar proyectos y brindar servicios en el campo de la ciencia y tecnología; para ello, dispone de un reactor nuclear de 10 MW de potencia, laboratorios de física, y química con sistemas de espectrometría gamma para el análisis por activación neutrónica; equipos de espectrometría alfa, beta y gamma para análisis radiométricos, absorción atómica con horno de grafito, generador de hidruros, inyección de flujo; fluorescencia de rayos X de longitud de onda y reflexión total, equipos de calibración dosimétrica.

Se realizan estudios y determinación de elementos traza; tierras raras; tóxicos y nutrientes en plantas medicinales y nutritivas, alimentos, materiales biológicos; ambientales suelo, agua, sedimentos; filtros de aire; biomonitores y bioindicadores; vegetales, arqueológicos, geológicos, refractarios, gemas; elementos tóxicos en cabello y uñas.

Determinación de radió nucleidos naturales y artificiales en agua, suelo, sedimento; alimentos; productos de exportación (certificación) ^{40}K ; ^{137}Cs ; ^{210}Pb ; ^{121}I ; ^{210}Po ; ^{226}Ra . Calibración dosimétrica (radioterapia), dosis de radiación, control de equipos de rayos X.

Además, tiene implantado un sistema de gestión de la calidad dentro de la NTP ISO 17025 lo que garantiza la veracidad y trazabilidad de los resultados obtenidos. Finalmente, cuenta con personal altamente calificado en técnicas analíticas nucleares y complementarias.

6. Bibliografía

- [1] Abraham EM, Torres L. State of the Art in the use Benchmarks and indicator in the contact of desertification and brought in Latin America and the Caribbean. IVERSIENCIA. 2007 dec; 32(12).
- [2] Avalos I, Kuramoto J. Programa de Ciencia y Tecnología Informe Final sobre selección de áreas prioritarias. Marzo 2008.

- [3] IAEA. Applications of Nuclear Analytical Techniques. Vienna:Austria, 2004.
- [4] Gutiérrez Correa M. Informe Final del área temática Biología, Bioquímica y Biología molecular incluyendo Biotecnología. Banco Interamericano de Desarrollo, febrero 2003.
- [5] Estrada López W. Capacidades de Investigación Científica y Tecnológica en el Perú. Temática de Ciencias de los Materiales. Informe de Consultaría, abril 2003.
- [6] Brack Egg A. Estrategia de Análisis de Impacto Ambiental. Consultor Nacional BID-CONCYTEC, noviembre 2003.
- [7] Tresierra Aguilar A. Informe Final Diagnóstico Nacional de Capacidades para Investigación Científica en ciencias Hidrobiológicas en el Perú. Proyecto BID-CONCYTEC.
- [8] Arteaga DH. Informe Final sobre las Capacidades del Perú en el Área de Geología y Minería. Programa PERU-BID de Ciencia y Tecnología, febrero 2003.
- [9] Jaramillo LJ. Análisis de la Participación del sector Privado Peruano en Ciencia y Tecnología e Inversión. BID-CONCYTEC, diciembre 2002.
Disponible en: <http://www.concytec.gob.pe>

Rechazos y demoras en el transporte de materiales radiactivos en la Región Latinoamericana y el Caribe

Mario Mallaupoma^{1,*}, Jorge López², Ana Sobreira³

¹Instituto Peruano de Energía Nuclear

² Comisión de Energía Nuclear de Argentina

³ REM Industria e Comercio Ltda, Brasil

Abstract

Radioactive materials need to be transported for use in public health and industry and for the production of nuclear power. Transport of radioactive material is governed by national and international regulations which are based on the International Atomic Energy Agency. In particular delays in and denials of shipments of radioactive material for medical use can result in hardships to patients undergoing diagnosis and treatment with radioactive material and to others, who rely on products sterilized by radiation. Considering this problem countries from Latin America and Caribbean have considered to develop some actions in order to reduce the problem of denial and delays of the transport of radioactive material. This paper shows the procedure developed by Latinoamerican countries and its respective implementation.

1. Introducción

El transporte de materiales radiactivos es necesario para su utilización en actividades de salud pública e industriales y para la producción de energía nucleoelectrónica. Ese transporte se rige por reglamentos nacionales e internacionales basados en el Reglamento para el transporte seguro de materiales radiactivos del Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA). El Reglamento, cuya elaboración está a cargo de expertos de los Estados Miembros del OIEA, garantiza un alto grado de seguridad. Sin embargo, últimamente se ha registrado un aumento de los rechazos y retrasos de expediciones de materiales radiactivos, incluso cuando se cumplían las reglamentaciones. En particular, los retrasos y rechazos de expediciones de materiales radiactivos para usos médicos e industriales pueden provocar dificultades a pacientes en proceso de diagnóstico y tratamiento con ese tipo de materiales y a otras personas que dependen de productos radioesterilizados. Es preciso adoptar con urgencia un enfoque universalmente aceptado para resolver este problema.

2. Aspectos Técnicos

Anualmente unos 75 millones de pacientes están a la espera de diagnósticos médicos o reciben tratamientos contra el cáncer, para los que se utilizan fuentes radiactivas. En los estudios por bioimágenes, como la

Resonancia Magnética, la entrega de materiales radiactivos a tiempo resulta imprescindible para el tratamiento de los pacientes.

Los rechazos o interrupción en la entrega de estas fuentes pueden ser altamente perjudiciales tanto para los tratamientos oncológicos, diagnósticos, esterilización de insumos para asistencia médica, como para investigaciones científicas y el desarrollo y uso de la energía nuclear. Con el fin de resolver esta problemática el OIEA ha creado y publicado un conjunto de disposiciones obligatorias para la protección de las personas, la propiedad y el ambiente durante el traslado de los materiales radiactivos.

3. Trabajos Técnicos en la Región Latinoamericana

A nivel de los países latinoamericanos viene desarrollando una serie de trabajos conjuntos que ayuden a resolver el correspondiente problema de rechazos en el transporte de materiales radiactivos.

En ese sentido, ha sido desarrollado un protocolo a ser implementado en los países de la región latinoamericana de forma tal que se permita identificar las debilidades y problemas presentados en los diferentes países de la región latinoamericana y el Caribe.

* Correspondencia autor: mmallaupoma@ipen.gob.pe

4. Protocolo Técnico para la Región Latinoamericana

4.1. Objetivo

Establecer un procedimiento para la asignación de códigos a los informes nacionales sobre los sucesos de demoras o rechazos de expediciones de materiales radiactivos.

4.2. Alcance

Este documento se aplica a la codificación de los sucesos relacionados con demoras y rechazos de las expediciones de materiales radiactivos que involucran a los países de la región latinoamericana y del caribe.

4.3. Procedimiento

Una vez identificado el suceso, el país latinoamericano, procederá a completar el correspondiente Formulario de Informes y deberá realizar la codificación respectiva según lo descrito en el presente procedimiento y considerando los códigos indicados.

Codificación del Informe: Cada Informe de suceso de demora o rechazo estará identificado con seis códigos los cuales estarán separados por una barra “/”. Los códigos corresponden a los siguientes elementos:

- Primer Código para la identificación del país que envía el Informe.
- Segundo Código para la identificación del lugar o la modalidad de transporte donde ocurrió la demora/rechazo y tipo de organismo que originó la demora/rechazo
- Tercer Código que identifica el tipo de suceso.
- Cuarto Código que caracteriza el Tipo de bulto/bultos involucrados en la expedición que tuvo el suceso de demora o rechazo.
- Quinto Código para identificar el número de orden del registro para el país.
- Sexto Código para reconocer el año de ocurrencia del Informe.

Ejemplo:

BR/TMAR/DEMO/4/001/2008

Se lee como sigue:

Informe presentado por Brasil – *Vía marítima – Transporte Demorado – Bulto del Tipo B(U) – Reporte 001 – Año 2008.*

4.4. Registros

La codificación resultante quedará consignada en el Registro de Sucesos Reportados del correspondiente país latinoamericano y del caribe. La información será permanente en tanto el país que hizo el informe no decida hacer variación alguna.

4.5. Código de países

Se utilizarán los códigos internacionales para la identificación del país que envía el Informe, de acuerdo a lo indicado por el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA), o sea los códigos de certificados de aprobación (OIEA Código VRI): Argentina(RA); Bolivia(BOL); Brasil(BR); Chile(RCH); Colombia(CO); Costa Rica(CR); Cuba(CU); República Dominicana(DOM); Ecuador(EC); El Salvador(ES); Guatemala(GCA); Haití(RH); Panamá(PA);Paraguay(PY); Perú(PE); Uruguay(ROU); Venezuela(YV).

4.6. Código para identificar lugar donde ocurrió la demora/rechazo y tipo de organismo que originó la demora/rechazo

TMAR : demora o rechazo en el transporte por vía marítima.; TAER: demora o rechazo en el transporte por vía aérea; TFLU : demora o rechazo en el transporte por vía fluvial.; TROD: demora o rechazo en el transporte por vía terrestre, carretera, rodovia; TADU: problemas de demora o rechazo en la aduana; TPUE: problemas de demora o rechazo en la en terminal aéreo o portuario; TOTR: otra razón de problemas de demora o rechazo no considerada anteriormente.

4.7. Código de dificultad presentada

Demorado :DEMO. ; Rechazado:RECH.

4.8. Código de tipos de bultos

Bultos Exceptuados : 1; Bultos del Tipo A : 2; Bultos del Tipo AF : 3; Bultos del Tipo B(U) : 4; Bultos del Tipo B(U)F : 5; Bultos del Tipo B(M) : 6; Bultos del Tipo B(M)F : 7; Bultos Industrial Tipo 1, Tipo 2 ó Tipo 3 : 8; Bulto Industrial Fisionable : 9; Bultos en Arreglo Especial : 0

5. Conclusiones

La elaboración del correspondiente protocolo y sus sistemas de registros han permitido que varios países realicen su reporte de rechazos y demoras en el transporte de materiales radiactivos.

El trabajo desarrollado por los países de Latinoamérica está siendo tomado como referencia para reuniones técnicas de las regiones de Europa, Asia y África.

6. Bibliografía

- [1] López Vietri J. Informe de Taller Regional sobre Rechazo de Expediciones de Materiales radiactivos. Rev. 1, Informe 130707.
- [2] Bruno N. Uruguay Workshop on Denials and Delays of Shipments-Lessons Learned and Recommendations, IAEA, 2007.
- [3] Bruno N. Uruguay Workshop on Denial of Shipments. Summary of Conclusions, Actions and Recommendations, IAEA, 2007.

ANEXOS

| | |
|--|------------|
| A. Publicaciones en Revistas Internacionales Indexadas | 274 |
| B. Publicaciones en Revistas Nacionales | 274 |
| C. Publicaciones Especializadas | 274 |
| D. El IPEN como Editor de Publicaciones | 275 |
| E. Presentación y Disertación de Trabajos en Congresos, Seminarios, Simposios, Talleres y Publicación en Actas | 275 |
| E.1 Internacionales | 275 |
| E.2 Nacionales | 275 |
| F. Cursos, Conferencias, Seminarios, Talleres Organizados por el IPEN | 284 |
| F.1 Cursos Regulares | 284 |
| F.2 Cursos de Postgrado | 284 |
| • V Programa Maestría en Ciencias con Mención en Física Médica | 284 |
| • VIII Programa Maestría en Ciencias con Mención en Energía Nuclear | 284 |
| • II Programa de Segunda Especialización Profesional en Protección Radiológica | 284 |
| F.3 Conferencias Dictadas en el Centro Superior de Estudios Nucleares (CSEN): Jueves Científicos | 284 |
| F.4 Eventos Organizados por el IPEN en sus Sedes Institucionales | 285 |
| F.5 Disertaciones del Personal en Conferencias y Charlas Organizadas por otras Instituciones | 287 |
| G. Becarios | 288 |
| H. Proyectos de Investigación con Financiamiento Nacional e Internacional (Concursados) | 291 |
| I. Patentes | 291 |
| J. Proyectos Financiados por el Organismo Internacional de Energía Atómica mediante el Acuerdo Regional para la Cooperación en América Latina (ARCAL) | 291 |
| J.1 Proyectos Nacionales para el Bienio 2007-2008 | 291 |
| J.2 Proyectos ARCAL para el Bienio 2007-2008 | 291 |
| J.3 Proyectos Regionales Bienio 2007-2008 | 292 |
| J.4 Contratos de Investigación 2006-2007 | 292 |
| K. Misiones y Visitas de Expertos | 293 |

A. Publicaciones en Revistas Internacionales Indexadas

Prado Figueroa M, Santiago J. **SEM-EDS probing of morphological and physiological changes produced by a porphyrin photosensitizer in *Psammobatis extenta* electrocytes.** Micron. 2007; 38(6): 668-673.

Dantas BM, Lucena EA, Dantas AL, Araújo F, Rebelo AM, Terán M, Paolino A, Hermida JC, Rojo AM, Puerta JA, Morales J, Bejerano GM, Alfaro M, Ruiz MA, Videla R, Piñones O, González S, Navarro T, et.al. **A protocol for the calibration of gamma cameras to estimate internal contamination in emergency situations.** Radiation Protection Dosimetry. 2007 June; 127(1-4):253-257.

Melo D, Cruz Suarez R, Rojo, Dantas AB, Julião L, Serdero N, Videla R, Puerta JA, López G, Alfaro MM, González S, Hermida JC, Navarro T. **Harmonization of internal dosimetry procedures in Latin America-ARCAL/IAEA Project.** Radiation Protection Dosimetry. 2007 June; 127(1-4):325-328.

Cabrera J, Paredes C, Urdy E, Santiago J. **Preparación y caracterización de películas de alcohol polivinílico conteniendo nanopartículas de TiO₂.** Revista Iberoamericana de Polímeros. 2007; 8(4): 323-332.

Osores JM, González S, Martínez J, López E, Jara R. **Radiactividad en productos lácteos de Perú.** Radiobiología. 2007; 7:157-165.

Delgado M, Olivera P, Montoya E. **Building a bridge to the past: Archaeometry at the IPEN reactor.** Archaeometry. 2007; 49(2):403-412.

Leclerc J, Mesnier R, Sebastián C, Maghella G, Mamani E. **Interpretation of radiotracer experiments in an industrial battery of desanders with simultaneous stochastic and non-stochastic flows.** Applied Radiation and Isotopes. 2007; 65: 1208-1214.

Luyo C, Fabregas I, Reyes L, Solís JL, Rodríguez J, Estrada W, Candal R. **SnO₂ thin films prepared by spray-gel pyrolysis: Influence of sol properties on film morphologies.** Thin solids Films. 2007; 516: 25-33.

Montoya M, Rojas J, Saettone E. **Monte-Carlo simulation for fragment mass and kinetic energy distributions from neutron induced fission of U-235.** Revista Mexicana de Física. 2007; 53(5): 366-370.

Larsson AL, Solís J, Niklasson GA. **Infrared absorption Li-intercalation tungsten oxide.** Solar Energy Materials & Solar Cells. 2007; 91:1248-1252.

Rodríguez J, Solís JL, Gómez M, Estrada W. **Surface morphology engineering of metal-oxide**

films by chemical spray Pyrolysis. Physica Status Solidi C. 2007 Nov; 4(11): 4107-4117.

Díaz J, Rodríguez J, Ponce S, Solís J, Estrada W. **Solar photocatalytic decontamination of phenol using pyrolytic TiO₂ films deposited inside glass tubing.** Journal of Solar Energy Engineering. 2007 Feb; 129(1): 94-99.

B. Publicaciones en Revistas Nacionales

León K, Cabrera J, Santiago J. **Estudio de la actividad antimicrobiana de películas de quitosano-alcohol polivinílico dopadas con TiO₂.** Rev. Per. Quím. Ing. Quím. 2007; 10:3-8.

León K, Castillo P, Santiago J. **Actividad antimicrobiana y antioxidante de la sangre de grado tratada con radiación gamma.** Rev. Per. Quím. Ing. Quím. 2007; 10:13-17.

León K, Santiago J. **Propiedades antimicrobianas de películas de quitosano-alcohol polivinílico embebidas en extracto de sangre de grado.** Rev. Soc. Quím. Perú. 2007; 73(3):158-165.

Ninán O, Galli C, Santiago J. **Síntesis y caracterización de un complejo Oligomérico de 1,1'-bis(octadecil)-2,2'-bibencimidazol y cobalto.** Rev. Per. Quím. Ing. Quím. 2007; 10:17-23.

Cifuentes E, Pardo J. **Sistema de adquisición y monitoreo de procesos "SADQ-I".** Revista Electrónica - UNMSM. 2007 Ago; 19:3-6.

López A, Olivera P. **Caracterización de pigmentos aplicados en material arqueológico de la cultura Chíncha por fluorescencia rayos X y microscopía electrónica de transmisión.** Revista de la Sociedad Química del Perú. 2007; 73(1):3-17.

Aguilar C, Saavedra P, Mendoza G, Bussalleu A, Martínez F, Aliaga E, Ortiz J, Cano R. **Estudio de la prueba de la ureasa o test de aliento (TA) y correlación con biopsia gástrica para la detección de helicobacter pylori (Hp) en pacientes dispépticos del Hospital Nacional Cayetano Heredia - Lima.** Revista de Gastroenterología del Perú. 2007 Ene-Jun; 27(2):172-176.

Gutiérrez P, Ortiz J, Sotelo S, Salvatierra G, Bustamante C, Jarcia A, Morales R, Cano R. **Hallazgos gammagráficos en la cavidad oral de pacientes con cáncer.** Acta Cancerológica. 2007 Ene-Jun; 35(1):19-21.

C. Publicaciones Especializadas

Gago J, López A, Santiago J, Acevedo M, Rodríguez J. **Wood-polymer composites obtained by gamma irradiation.** En: American Institute of Physics. Proceedings of VII Latin American Symposium on Nuclear Physics and Applications. 2007 June 11-16; Cusco: Perú. p. 481-482.

Montoya M, Rojas J, Saettone E. **Effects of neutron emission on fragment mass and kinetic energy distribution from thermal neutron-induced fission of ^{235}U** . En: American Institute of Physics. Proceedings of VII Latin American Symposium on Nuclear Physics and Applications. 2007 June 11-16; Cusco: Perú. p. 326-329.

Munive M, Solís J, Revilla A. **In vivo prompt gamma neutron activation analysis facility for total body nitrogen and Cd**. En: American Institute of Physics. Proceedings of VII Latin American Symposium on Nuclear Physics and Applications. 2007 June 11-16; Cusco: Perú. p. 479-480.

Solís JL, Rodríguez J, Estrada W. **Soft chemical routes to produce metal oxide films for solar energy applications**. In: Hough TP. (ed.). Recent Developments in Solar Energy Research. USA: Nova Publishers, Chap. 5: p. 205-231. 2007.

D. IPEN como Editor de Publicaciones

Antonio Prado, Anita Robles, José Solís, José Osoreo. (Eds.). **Informe Científico Tecnológico 2006**. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Lima, Perú, 2007. (ISSN 1684-1662).

E. Presentación y Disertación de Trabajos en Congresos, Seminarios, Simposios, Talleres y Publicación en Actas

E.1 Internacionales

Julio Alarcón, F. Paraguay-Delgado, Alcides López, Juan Rodríguez. **Synthesis and characterization of nanorods of ZnO for photocatalytic water disinfection**. Fourth International Topical Meeting on Nanostructured Materials and Nanotechnology. Monterrey, 12-14 December 2007.

José Solís, **Synthesis of new compound semiconductors in the Sn-W-O system**. Latin American Workshop on Applications of Powder Diffraction and mini-Course on Methods of Powder Diffraction. Campinas, Brasil, 16-20 april 2007.

Marco Munive, Oscar Baltuano, Javier Gago, Gabriel Bautista. **Implementación del difractor de neutrones Amauta**. Latin American Workshop on Applications of Powder Diffraction and mini-Course on Methods of Powder Diffraction. Campinas, Brasil, 16-20 april 2007.

Oscar Ninán, Carla Galli, Julio Santiago. **Síntesis de complejos de coordinación basados en bencimidazol y 2,2'-bibenzimidazol con potenciales aplicaciones de cristales líquidos**. XXIII Congreso Peruano de Química. Lima, Perú, 25-28 marzo 2007.

Kety León, Julio Santiago. **Propiedades antimicrobianas de extractos de *Croton lechleri* "sangre de grado" en matrices poliméricas**. III Congreso Internacional de Plantas Medicinales. Lima, Perú, 1-5 agosto 2007.

Kety León, W. Carhuapoma, J. Cabrera, Julio Santiago. **Películas de quitosano y alcohol**

polivinílico como biomateriales. XXIII Congreso Peruano de Química. Lima, Perú, 25-28 marzo 2007.

José Osoreo. **Métodos Moleculares de Estudio en Genotoxicidad**. II Congreso Internacional de Toxicología. Asociación Peruana de Toxicología. Lima, Perú, 11-13 octubre 2007.

José Solís. **Películas por spray-gel para sensores de gas**. Conferencia Internacional de Materiales Avanzados para Aplicaciones Ambientales y Energéticas: Lima, Perú. 5-6 diciembre del 2007.

Alcides López, Dwigh Acosta. **Actividad fotocatalítica de películas delgadas casi cristalinas de dióxido de titanio preparadas por rocío pirolítico**. Conferencia Internacional de Materiales Avanzados para Aplicaciones Ambientales y Energéticas: Lima, Perú. 5-6 diciembre del 2007.

Silvia Ponce, Edward Carpio, Jackeline Venero, Juan Rodríguez, Walter Estrada, Cecilia Reche, Roberto Candal. **Fotocatalizadores flexibles de polietileno con dióxido de titanio para la purificación de agua**. Conferencia Internacional de Materiales Avanzados para Aplicaciones Ambientales y Energéticas: Lima, Perú. 5-6 diciembre del 2007.

Justo Rojas, J. Sánchez, Iván Lobato. **Simulación con dinámica molecular de las nanopartículas metálicas**. Conferencia Internacional de Materiales Avanzados para Aplicaciones Ambientales y Energéticas: Lima, Perú. 5-6 diciembre del 2007.

Kety León, Julieta Cabrera, Wilson Carhuapoma y Julio Santiago. **Películas de quitosano y alcohol polivinílico como biomateriales**. Conferencia Internacional de Materiales Avanzados para Aplicaciones Ambientales y Energéticas: Lima, Perú. 5-6 diciembre del 2007.

E.2 Nacionales

Johnny Vargas. **Energía Nuclear, Biodiversidad y Sierra Exportadora**. XIV Encuentro Científico Internacional de Verano ECI 2007v. Lima, Perú, 2-5 enero 2007.

José Solís, Juan Rodríguez, Walter Estrada. **Modificación de la Morfología de la Superficie de Óxidos Semiconductores Obtenidos por Rocío Pirolítico**. IX Encuentro de Física, Universidad Peruana Unión. Ñaña, Lima, 8-10 enero, 2007.

Blanca Torres. **Química Analítica e Investigación en el Perú**. XXIII Congreso Peruano de Química. Lima, Perú, 25-28 de marzo 2007.

Modesto Montoya. **Ingeniería Ambiental, Instrumento Clave para Alcanzar el Desarrollo Sostenible en el País**. II Congreso Nacional de Estudiantes de Ingeniería Ambiental – II CONEIA. Lima, Perú. 27 mayo - 3 de junio 2007.

José Osoreo. **Biodiversidad y Energía Nuclear**. Ciclo de Conferencias por el Día Mundial del Medio Ambiente. Universidad Nacional de Educación Enrique Guzmán y Valle, Chosica, Perú. 5 junio 2007.

Modesto Montoya. **La Física Nuclear en el Perú.** VI Encuentro Científico Internacional de Invierno ECI2007i. Lima, Perú, 31 julio-03 agosto 2007.

Modesto Montoya. **Predicción de un Tercer Ensanchamiento de la Distribución de Energía Cinética de los Fragmentos de Fisión Inducida por Neutrones Térmicos del ^{235}U .** VI Encuentro Científico Internacional de Invierno ECI2007i. Lima, Perú, 31 julio-03 agosto 2007.

Johnny Vargas. **Tecnología de Irradiación Calidad para la Agroexportación.** VI Encuentro Científico Internacional de Invierno ECI2007i. Lima, Perú, 31 julio-03 agosto 2007.

Julio Santiago. **Técnicas Analíticas en Arqueología.** VI Encuentro Científico Internacional de Invierno ECI2007i. Lima, Perú, 31 julio-03 agosto 2007.

Jorge Condori. **Aplicaciones Pacíficas de la Energía Nuclear.** Seminario Uranio en el Perú: Potencial y Desarrollo Futuro. Colegio de Ingenieros del Perú. Lima, Perú, 10-12 octubre 2007.

José Osoros. **Métodos Moleculares de Estudio en Genotoxicidad.** II Congreso Internacional de Toxicología. Asociación Peruana de Toxicología, Lima, Perú. 11-13 octubre 2007.

Modesto Montoya. **Simulación de la distribución de masa y energía de los fragmentos de fisión de baja energía del ^{234}U .** Simposio Peruano de Física. Piura, Perú. 15 octubre 2007.

Johnny Vargas. **Tecnología de Irradiación de Alimentos en la Conservación y Obtención de Nuevas Variedades Mejoradas.** VIII Congreso Nacional de Ciencia y Tecnología de Alimentos – CONACYTA 2007. Universidad Nacional de Cajamarca. Cajamarca, Perú. 15-19 octubre 2007.

Paula Olivera. **Técnicas nucleares aplicadas a material arqueológico.** XV Congreso Peruano del Hombre y la Cultura Andina y Amazónica. la Universidad Católica Santa María. Arequipa, Perú. 29 de octubre - 02 de noviembre 2007.

Johnny Vargas. **Aplicaciones de la Energía Nuclear en la Agricultura y la Agroindustria.** Congreso Nacional de Industrias Alimentarias - VII CONIA Tacna 2007. Avances y Retos para el Desarrollo de la Industria Alimentaria. Tacna, Perú. 19-24 Noviembre 2007.

José Osoros. **Experiencias Nacionales en la Evaluación de la Radiactividad Ambiental.** XXIII Seminario sobre Tecnología Nuclear. Instituto Peruano de Energía Nuclear. Lima, Perú. 21-23 noviembre 2007.

F. Cursos, Conferencias, Seminarios, Talleres Organizados por el IPEN

F.1 Cursos Regulares

Curso de Métodos de Manipulación de Moléculas Individuales en Biofísica

Fecha : 2-6.01.2007
Docente : C. Bustamante

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 13.01.2007
Docente : L. Defilippi

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 13.20.01.2007
Docentes : L. Defilippi, M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 15-20.01.2007 Ene
Docentes : M. Munive, E. Medina G.

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 20.01.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 22-25.01.2007
Docentes : M. Ticllacuri, E. Medina F.

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 27.01.2007
Docente : J. Condori

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 26-27.01.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 26-28.01.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Actualización Docente en Física Nuclear y Radiobiología

Fecha : 22-30.01.2007
Docentes : M. Vela, M. Ticllacuri, A. Gallardo, G. Rodriguez, E. Medina F., J. Osoros

Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)

Fecha : 29-31.01.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina G.

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 3.02.2007
Docente : L. Defilippi

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el Uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 2-3.02.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Seguridad Radiológica en el Uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 2-4.02.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 3-4.02.2007
Docente : L. Defilippi, E. Medina G.

- Curso de Seguridad Radiológica en el Uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 1-3,5.02.2007
 Docente : J. Condori, E. Medina G.
- Curso de Seguridad Radiológica en el Mantenimiento de Equipos de Fluorescencia y Difracción de Rayos X**
 Fecha :5-6.02.2007
 Docente :J. Condori
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 3,10.02.2007
 Docentes : L. Defilippi, E. Medina G.
- Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 5-10.02.2007
 Docentes : G. Rodríguez, J. Condori, E. Medina
- Curso de Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 5-10.02.2007
 Docentes : L. Defilippi, M. Velásquez, E. Medina
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 10.02.2007
 Docente : M. Munive
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radioterapia**
 Fecha : 10.02.2007
 Docente : B. García
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 12-17.02.2007
 Docentes : M. Munive, E. Medina G.
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 17.02.2007
 Docente : J. Condori
- Curso de Protección Radiológica en el uso y supervisión de Equipos de Rayos X para vigilancia y control de bultos**
 Fecha : 17-18.02.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas Abiertas - Investigación**
 Fecha : 19-23.02.2007
 Docentes : G. Lázaro, E. Medina G.
- Seminario de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 24.02.2007
 Docente : E. Medina G.
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 24-25.02.2007
 Docentes : L. Defilippi, E. Medina G.
- Curso de Seguridad Radiológica en el Uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 26.02 - 01.03.2007
 Docentes : M. Ticllacuri, E. Medina G.
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 3- 4.03.2007
 Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No médico)**
 Fecha : 5-7.03.2007
 Docentes : M. Munive, E. Medina F.
- Curso de Ensayos No Destructivos (Básico)**
 Fecha : 5-9.03.2007
 Docente : R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en Radioterapia**
 Fecha : 26.02 – 10.03.2007
 Docentes : B. García, E. Medina F.
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 3,10.03.2007
 Docentes : L. Defilippi, P. Capa
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 10.03.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 10.03.2007
 Docente : M. Munive
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas**
 Fecha : 10.03.2007
 Docente : G. Lázaro
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 12-17.03.2007
 Docentes : M. Munive, L. Defilippi, E. Medina F.
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 17.03.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso Regional de Entrenamiento sobre Fundamentos de Protección Física de Materiales e Instalaciones Nucleares**
 Fecha : 19-23.03.2007
 Docentes : J. Knapik, C. Tewel, M. Aspellin, P. Lardiez, R. Ramírez
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 24.03.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Inspección de Soldadura Modulo 1: Metalurgia de la soldadura**
 Fecha : 26-30.03.2007
 Docente : V. Falconí
- Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 26-31.03.2007
 Docentes : M. Ticllacuri, J. Condori, E. Medina F.

- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)**
 Fecha : 9-11.04.2007
 Docentes : M. Munive, E. Medina F.
- Curso de Líquidos Penetrantes Nivel II**
 Fecha : 9-13.04.2007
 Docentes : F. Calderón, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 13-14.04.2007
 Docente : G. Lázaro
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 13-15.04.2007
 Docente : M. Munive
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 14-15.04.2007
 Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 16-19.04.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de interpretación de Radiografías**
 Fecha : 17-19.04.2007
 Docente : R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 14.21.04.2007
 Docentes : L. Defilippi, E. Medina F.
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 16-21.04.2007
 Docentes : E. Rojas, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 19-21.04.2007
 Docente : J. Condori
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 21.04.2007
 Docente : E. Rojas
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 21.04.2007
 Docente : E. Medina F.
- Curso de Transporte seguro de Material Radiactivo (mercancías peligrosas, Clase 7)**
 Fecha : 22.04.2007
 Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Actualización sobre protección Radiológica en el Mantenimiento de Equipos de Rayos X**
 Fecha : 24.04.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 24-25.04.2007
- Docentes : M. Munive, R. Visurraga, M. Ticllacuri
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 23-26.04.2007
 Docentes : M. Munive, R. Visurraga, M. Ticllacuri
- Curso de Seguridad Radiológica en el Uso de Fuentes Radiactivas en Investigación y Enseñanza**
 Fecha : 23-26.04.2007
 Docente : M. Munive, R. Visurraga, M. Ticllacuri
- Curso de Inspección de Soldadura Modulo 2: Procesos de Soldadura y Simbolización**
 Fecha : 23-27.04.2007
 Docentes : H. Urteaga, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en el uso y Supervisión de Equipos de Rayos X para Vigilancia y Control de Bultos**
 Fecha : 28-29.04.2007
 Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)**
 Fecha : 7 - 9 May
 Docentes : M. Mallaupoma, E. Medina F.
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 9.05.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de Protección Radiológica sobre Manipulación, Transporte y Mantenimiento en el uso de Fuentes Abiertas y Selladas**
 Fecha : 7-11.05.2007
 Docentes : A. Aguirre, J. Osoreo, A. Corahua, E. Medina F., M. Munive, L. Zapata
- Curso de Partículas Magnéticas Nivel II**
 Fecha : 7-11.05.2007
 Docente : H. Villacorta
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas Abiertas**
 Fecha : 11.05.2007
 Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 5,12.05.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 12.05.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Protección Radiológica y control de Calidad de Equipos de Rayos X Convencional y Dental**
 Fecha : 14-18.05.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 14-19.05.2007

Docentes : E. Rojas, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 16-17.05.2007
Docente : E. Rojas

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)
Fecha : 19.05.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 18-20.05.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en Radioterapia
Fecha : 14-25.05.2007
Docente : B. García

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radioterapia
Fecha : 25.05.2007
Docente : B. García

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 25-27.05.2007
Docente : M. Munive

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 26.05.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en Gammagrafía Industrial
Fecha : 25-27.05.2007
Docente : J. Condori

Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial
Fecha : 28.05 - 02.06.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Inspección de Soldadura Modulo 3: Defectología, Ensayos No Destructivos
Fecha : 28.05 - 02.06.2007
Docentes : F. Calderón, R. Visurraga

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental
Fecha : 2.06.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental
Fecha : 2-3.06.2007
Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)
Fecha : 4-7.06.2007
Docentes : M. Munive, M. Ticllacuri

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Medico (Fluorescencia de Rayos X)
Fecha : 7.06.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Medico (Fluorescencia de Rayos X)
Fecha : 8.06.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Medico (Fluorescencia de Rayos X)
Fecha : 9.06.2007
Docente : M. Munive

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental
Fecha : 2,9.06.2007
Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 9.06.2007
Docente : E. Rojas

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en el Mantenimiento de Equipos de Rayos X
Fecha : 9.06.2007
Docente : E. Rojas

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en el Mantenimiento de Equipos de Rayos X y Medicina Nuclear
Fecha : 9.06.2007
Docente : L. Defilippi, E. Rojas

Curso de Protección Radiológica en el uso de Medidores Industriales con Rayos X
Fecha : 4-11.06.2007
Docente : M. Ticllacuri, E. Medina F.

Curso de Radiografía Industrial (Nivel I)
Fecha : 4-15.06.2007
Docente : R. Visurraga

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico
Fecha : 11-16.06.2007
Docentes : E. Rojas, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía Industrial
Fecha : 20.06.2007
Docente : R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Perfilaje de Pozos Petroleros)
Fecha : 19-21.06.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Inspección de Soldadura Modulo 4 : Ensayos Destructivos, Calificación de Soldadores
Fecha : 18-22.06.2007
Docente : F. Calderón

Curso de Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear
Fecha : 18-23.06.2007
Docentes : G. Rodríguez, M. Mallapoma

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)
Fecha : 23.06.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radioterapia
Fecha : 25.06.2007

- Docente : B. García
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)**
 Fecha : 25-27.06.2007
 Docentes : M. Munive, R. Visurraga
- Cursos de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el Mantenimiento de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 26.06.2007
 Docente : M. Munive
- Curso de Aplicación de la Tecnología de Irradiación Gamma**
 Fecha : 26-27.06.2007
 Docente : M. Linares
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas**
 Fecha : 2-6.07.2007
 Docente : G. Lázaro
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 7.07.2007
 Docente : L. Defilippi
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 7.07.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 7,8.07.2007
 Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos x (No Médico)**
 Fecha : 7,10.07.2007
 Docentes : M. Mallaupoma, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos x (No Médico)**
 Fecha : 9,10.07.2007
 Docentes : M. Mallaupoma, R. Visurraga
- Curso de Actualización para Oficial de Radioprotección**
 Fecha : 9-10.07.2007
 Docentes : V. Corahua, M. Munive
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 5,12.07.2007
 Docentes : M. Munive, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos x (No Médico)**
 Fecha : 11-12.07.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Radiografía Industrial (Nivel II)**
 Fecha : 2-13.07.2007
 Docente : R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 7,14.07.2007
 Docentes : L. Defilippi, G. Maghella, R. Visurraga
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 9-14.07.2007
 Docentes : E. Rojas, R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 14.07.2007
 Docente : E. Rojas
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 14.07.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
 Fecha : 13-15.07.2007
 Docente : M. Munive
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 16-19.07.2007
 Docentes : M. Ticllacuri
- Curso de Inspección de Soldadura Módulo 5: Códigos, Normas, Especificaciones, Inspección, Uniones Soldadas, Estudio de Casos**
 Fecha : 16-20.07.2007
 Docentes : J. Torres, F. Calderón
- Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
 Fecha : 16 - 21 Jul
 Docentes : J. Condori, R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 21.07.2007
 Docente : M. Ticllacuri
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos x (No Médico)**
 Fecha : 23 - 25 Jul
 Docentes : A. Aguirre, E. Medina F.
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radioterapia**
 Fecha : 26.07.2007
 Docente : B. García
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 4-5.08.2007
 Docentes : G. Maghella, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
 Fecha : 6-9.08.2007
 Docentes : J. Condori, E. Medina F.
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
 Fecha : 4,11.08.2007
 Docentes : G. Maghella, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 6-11.08.2007
 Docentes : G. Rodríguez, R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear**
 Fecha : 11.08.2007
 Docentes : M. Ticllacuri, G. Rodríguez

- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
Fecha : 11.08.2007
Docente : M. Tiellacuri
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 11.08.2007
Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 11.08.2007
Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas en Investigación y Enseñanza**
Fecha : 6-15.08.2007
Docentes : M. Mallaupoma, E. Medina F.
- Curso de Ultrasonido (Nivel I)**
Fecha : 6-17.08.2007
Docente : H. Villacorta
- Seminario sobre Seguridad Radiológica en Perfilaje de Pozos Petroleros**
Fecha : 17.08.2007
Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
Fecha : 13-18.08.2007
Docentes : M. Tiellacuri, R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía**
Fecha : 18.08.2007
Docente : M. Tiellacuri
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 18.08.2007
Docente : G. Lázaro
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 18.08.2007
Docente : G. Lázaro
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 19.08.2007
Docente : J. Condori
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)**
Fecha : 21-22.08.2007
Docentes : A. Aguirre, E. Medina F.
- Curso de Interpretación de Radiografías**
Fecha : 20-24.08.2007
Docente : R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 25-08.2007
Docente : J. Condori
- Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
Fecha : 24-26.08.2007
Docente : L. Defilippi
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
Fecha : 24-26.08.2007
Docente : L. Defilippi
- Curso de Revisión de Tópicos de Inspección de Soldadura (Módulos 1 al 5)**
Fecha : 27-29.08.2007
Docente : V. Falconí
- Curso de Ultrasonido (Nivel I)**
Fecha : 20-31.08.2007
Docente : F. Calderón
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 1.09.2007
Docente : J. Condori
- Curso de Seguridad Radiológica en Radioterapia**
Fecha : 21.08 - 7.09.2006
Docente : B. García
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X No Médicos (Control de Bultos o Equipajes)**
Fecha : 3,5,7.09.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina F.
- Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X No Médicos (Control de Bultos o Equipajes)**
Fecha : 3,5,7.09.2007
Docentes : M. Mallaupoma, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Médico (Fluorescencia de Rayos X)**
Fecha : 7.09.2007
Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)**
Fecha : 7.09.2007
Docente : M. Mallaupoma
- Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico**
Fecha : 8.09.2007
Docente : M. Munive
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
Fecha : 8-9.09.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga
- Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el Mantenimiento de Equipos de Medicina Nuclear**
Fecha : 13.09.2007
Docente : G. Rodríguez
- Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental**
Fecha : 8,15.09.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga
- Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial**
Fecha : 10-15.09.2007
Docente : J. Condori, R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Médicos (Fluorescencia de Rayos X)

Fecha : 15.09.2007
Docente : J. Condori

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Equipos de Rayos X No Médico (Fluorescencia de Rayos X)

Fecha : 15.09.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas

Fecha : 15.09.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas

Fecha : 15.09.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso de Ultrasonido (Nivel II)

Fecha : 10-21.09.2007
Docente : F. Calderón

Curso de Protección Radiológica en el Uso de Rayos X No Médicos (Control de Bultos o Equipajes)

Fecha : 17,19,21.09.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina F.

Curso de Seguridad Radiológica en Radioterapia

Fecha : 9,21.07 - 4,11,18,25.08 -
1,8,15,22.09.2007
Docente : B. García

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 17-22.09.2007
Docentes : L. Defilippi, R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 24-27.09.2007
Docentes : M. Ticllacuri, E. Medina F.

Curso de Evaluación de Fallas en Soldadura utilizando Mecánica de la Fractura

Fecha : 24-28.09.2007
Docente : V. Falconí

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 28.09.2007
Docente : J. Condori

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 29.09.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en el uso de Rayos X No Médicos (Control de Bultos o Equipajes)

Fecha : 1-3.10.2007
Docentes : M. Munive, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 10-11.10.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 10-11.10.2007
Docente : M. Munive

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear

Fecha : 13.10.2007
Docente : L. Defilippi

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial

Fecha : 13.10.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 13-14.10.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Rayos X (No Médico)

Fecha : 15-17.10.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina F.

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 17-18.10.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 13,20.10.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga

Curso de Inspección Visual

Fecha : 15-20.10.2007
Docente : F. Calderón

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 20.10.2007
Docente : L. Defilippi

Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial

Fecha : 17-24.10.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 22-27.10.2007
Docentes : M. Munive, L. Defilippi,
R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 27.10.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Metalurgia, Tratamientos Térmicos, Tecnología de Materiales para No Metalurgistas

Fecha : 23-29.10.2007
Docente : F. Calderón

Curso de Actualización en Seguridad Radiológica para Operadores de Planta de Gestión de Residuos Radiactivos

Fecha : 29.10.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Material Radiactivo

Fecha : 30.10 – 1.11.2007
Docentes : M. Wangler, A. Erickson, R. Rawl, P. Norris, M. Mallaupoma

Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Material Radiactivo

Fecha : 01.11.2007
Docentes : M. Mallaupoma, A. Margreth, M. Wangler, R. Rawl, P. Norris

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Rayos X No Médicos (Control de bultos o equipajes)

Fecha : 8-9.11.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 27.10 - 3,10.11.2007
Docente : M. Munive

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 9-10.11.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 9-10.11.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 9-10.11.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 10-11.11.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en la Manipulación de Fuentes Radiactivas en Investigación y Enseñanza

Fecha : 12.11.2007
Docente : V. Corahua

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 12-15.11.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina F.

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 10,17.11.2007
Docentes : G. Maghella, R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 17.11.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Medicina Nuclear

Fecha : 17.11.2007
Docentes : L. Defilippi, G. Rodríguez

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 17.11.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Actualización sobre Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 17.11.2007

Docente : L. Defilippi

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 17-18.11.2007
Docente : J. Condori

Curso Básico de Ensayos No Destructivos

Fecha : 19-23.11.2007
Docente : R. Visurraga

Curso de Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial

Fecha : 19-24.11.2007
Docentes : G. Lázaro, J. Condori, R. Visurraga

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en Radiografía y Gammagrafía Industrial

Fecha : 24.11.2007
Docente : M. Ticllacuri

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 24-25.11.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 26.11 – 1.12.2007
Docentes : M. Ticllacuri, E. Medina F.

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 1.12.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Protección Radiológica en Radiodiagnóstico Médico

Fecha : 30.11 – 2.12.2007
Docente : M. Munive

Curso de Protección Radiológica en Radiología Dental

Fecha : 30.11 – 2.12.2007
Docente : M. Munive

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 1-2.12.2007
Docente : J. Condori

Curso de Actualización en Seguridad Radiológica para Oficial de Radioprotección en la Operación de Instalaciones de Irradiación

Fecha : 5.12.2007
Docente : V. Corahua

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Fuentes Radiactivas

Fecha : 3-11.12.2007
Docentes : M. Mallaupoma, E. Medina F.

Curso de Actualización sobre Seguridad Radiológica en el uso de Rayos X (no médico)

Fecha : 7.12.2007
Docente : M. Mallaupoma

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 8.12.2007
Docente : G. Lázaro

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Rayos X (no médico)

Fecha : 10-12.12.2007
Docentes : M. Tiellacuri, E. Medina F.

Curso de Seguridad Radiológica en el uso de Medidores Nucleares (Densímetros)

Fecha : 10-13.12.2007
Docentes : M. Munive, E. Medina F.

Curso de Actualización en Seguridad Radiológica en el uso de Rayos X (no médico)

Fecha : 20.12.2007
Docente : M. Mallaupoma

F.2 Cursos de Postgrado

V Programa Maestría en Ciencias con Mención en Física Médica

Física de Radioterapia

Profesor : César Picón

VIII Programa Maestría en Ciencias con Mención en Energía Nuclear

1er. Semestre

Matemáticas Aplicadas

Profesores : Ever Cifuentes, Justo Rojas

Físico-Química

Profesores : Julio Santiago, José Solís, Walter Estrada

Física Nuclear y Dosimetría de Radiaciones

Profesor : Modesto Montoya

2do. Semestre

Instrumentación Nuclear

Profesor : Ever Cifuentes

Uso de las Radiaciones y Protección Radiológica

Profesor : Modesto Montoya

Ciencia de los Materiales

Profesores : Julio Santiago, Alcides López, José Solís, Justo Rojas, Juan Rodríguez, Iván Babiche, Marco Munive, Paula Olivera, Sara Aldabe

II Programa de Segunda Especialización Profesional en Protección Radiológica

Fundamentos de Protección Radiológica

Profesor : Renán Ramírez

Protección Radiológica en Usos Específicos

Profesor : Eduardo Medina

Aspectos Tecnológicos de la Protección Radiológica

Profesor : Mario Mallaupoma

Aspectos Operacionales de la Protección Radiológica

Profesor : Jorge Condori

Aspectos Regulatorios

Profesor : Renán Ramírez

F.3 Conferencias Dictadas en el Centro Superior de Estudios Nucleares (CSEN): Jueves Científicos

Visión artificial en ciencias e industrias

Fecha : 11.01.07
Expositor : Aurelio Arbildo

Los requerimientos de conocimiento en la sierra del Perú

Fecha : 18.01.07
Expositor : Antonio Castillo Garay

La patente como protección de un bien y como un bien publico

Fecha : 25.01.07
Expositor : Augusto Vidal Bazalar

Las empresas de base tecnológica, una alternativa de empleo para el investigador

Fecha : 01.02.07
Expositor : Agustín Zúñiga

Datación por radiocarbono e implementación de esta técnica en el Perú

Fecha : 08.02.07
Expositor : Julio Santiago Contreras

La telefonía celular y el cáncer

Fecha : 15.02.07
Expositor : Víctor Cruz Ornetta

Calentamiento global, según el panel intergubernamental sobre cambio climático

Fecha : 22.02.07
Expositor : Gabriela Rosas Benancio

Importancia de la tecnología por radiación para banco de tejidos

Fecha : 01.03.07
Expositor : Emma Castro Gamero

El planeamiento estratégico en ciencia y tecnología

Fecha : 08.03.07
Expositor : Armando Gallegos Monteagudo

Aplicaciones de la tecnología nuclear en las industrias del petróleo, gas natural y petroquímica

Fecha : 15.03.07
Expositor : Carlos Sebastián Calvo

Aplicaciones de la energía nuclear y sierra exportadora

Fecha : 22.03.07
Expositor : Johnny Vargas Rodríguez

La fluorescencia de rayos-X y sus aplicaciones

Fecha : 29.03.07
Expositor : Paula Olivera Lescano

Difracción de neutrones, una facilidad experimental del reactor nuclear RP-10 y sus aplicaciones

Fecha : 12.04.07
Expositor : Marco Munive

Análisis por activación neutrónica y sus aplicaciones

Fecha : 19.04.07
Expositor : Patricia Bedregal Salas

Técnicas analíticas nucleares

Fecha : 26.04.07
Expositor : Marco Ubillus Namihás

Radiactividad en alimentos

Fecha : 27.04.07
Expositor : José Osos Rebaza

Marcación de anticuerpos monoclonales y otras biomoléculas con radioisótopos

Fecha : 03.05.07
Expositor : Anita Robles Ñique

Los isótopos ambientales y la hidroquímica como herramienta para evaluar los sistemas hidrogeológicos

Fecha : 10.05.07
Expositor : Jacinto Valencia Herrera

Samario 153 EDTMP como alternativa en la paliación del dolor óseo metastásico

Fecha : 17-05.07
Expositora : Rossana Morales Guzmán Barrón

Biodiversidad, cambio climático y energía nuclear

Fecha : 24.05.07
Expositor : José Osos Rebaza

Helicobacter pylori y el test de aliento con carbono 14

Fecha : 31.05.07
Expositor : Germán Mendoza Pérez

Rol del Organismo Internacional de Energía Atómica OIEA como socio para el desarrollo

Fecha : 07.06.07
Expositor : Cecilia Urbina

La protección del medio ambiente: Una demanda social y una obligación de los ciudadanos

Fecha : 14.06.07
Expositor : Susana Gonzáles Villalobos

Control de calidad. Aseguramiento de la calidad y gerenciamiento de la calidad: Principios y práctica para un mejor trabajo diario

Fecha : 21.06.07
Expositor : Peter Bode

Protección radiológica del paciente en exposiciones médicas

Fecha : 05.07.07
Expositor : Tony Benavente Alvarado

Estado actual y nuevas perspectivas de aplicaciones ambientales de los isótopos y las radiaciones

Fecha : 12.07.07
Expositor : Carlos Sebastián Calvo

Planeamiento energético con focalización nuclear

Fecha : 19.07.07
Expositor : Juan Ávila López

Técnica TOFD (Time of Flight Diffraction)

Fecha : 09.08.07
Expositor : Jesús Ruiz Saavedra

Radón un gas que debe medirse

Fecha : 16.08.07
Expositor : Agustín Zúñiga

Modelos matemáticos en ciencia e ingeniería

Fecha : 23.08.07
Expositor : Nelson Hein

Banco de tejidos, aplicación de la tecnología nuclear

Fecha : 06.09.07
Expositor : Emma Castro Gamero

Dosimetría biológica de las radiaciones ionizantes

Fecha : 13.09.07
Expositor : Marco Espinoza Gutiérrez

Fenómenos de solidificación de los materiales y su importancia en las aplicaciones nucleares

Fecha : 20.09.07
Expositor : Carlos Sebastián Calvo

Presente y futuro de la protección radiológica

Fecha : 27.09.07
Expositor : Mario Mallaupoma Gutiérrez

MINERVA, un experimento de interacción Neutrino-Nucleus

Fecha : 04.10.07
Expositor : Javier Solano

El hundimiento del Titanic visto a través de la Ciencia y la Ingeniería de los materiales

Fecha : 18.10.07
Expositor : Teresa Robert Nuñez

Competitividad, conocimiento en organizaciones ID+I orientadas a la demanda

Fecha : 25.10.07
Expositor : Agustín Zúñiga

Optimización del proceso de reconstrucción de imágenes en el escaner ClearPET del CIEMAT

Fecha : 08.11.07
Expositor : Javier Mendoza Paitan

Red Iberoamericana de Laboratorios de análisis de radiactividad en alimentos: Una herramienta de difusión interregional

Fecha : 15.11.07
Expositor : Jose Osos Rebaza

Calificación de combustibles nucleares en el reactor de investigación IEA-R1 del IPEN-SP, Brasil

Fecha : 06.12.07
Expositor : Luis A. Albiac Terremoto

F.4 Eventos Organizados por el IPEN en sus Sedes Institucionales

Posibilidades de Nanotecnología en el Perú

Fecha : 22.02.2007
Expositor : Jorge Seminario
Lugar : Auditorio del CSEN

Investigación y Desarrollo en Radiofísica y Dosimetría de Radiaciones Ionizantes (Videoconferencia)

Fecha : 05.03.2007
Didier Paul
Lugar : Auditorio del CSEN

7mo. Programa de Investigación (FP7-Seventh Research Framework Programme)

(Videoconferencia)
Fecha : 06.03.2007
Expositor : Comisión Europea

Lugar : Auditorio del CSEN

Plan de Emergencia del Reactor Nuclear RP-0

Fecha : 23.03.2007

Expositor : Mariano Vela

Lugar : Auditorio del CSEN

Magnetismo de Nanoestructuras

(Videoconferencia)

Fecha : 09.04.2007

Expositor : Johans Restrepo

Lugar : Auditorio del CSEN

Avances y Novedades sobre la Protección Radiológica (Videoconferencia)

Fecha : 13.04.2007

Expositor : Abel Gonzales

Lugar : Auditorio del CSEN

Charla para el Personal Administrativo

Fecha : 19.04.2007

Expositores : Luisa Romero, Gabriela Alfaro,

Renan Ramirez, Edgar Medina

Lugar : Auditorio del CSEN

Física Nuclear en la UN: Investigación Básica y Aplicada (Videoconferencia)

Fecha : 23.04.2007

Expositor : Fernando Cristancho

Lugar : Auditorio del CSEN

La Física Médica en Argentina (Videoconferencia)

Fecha : 08.05.2007

Expositor : Pablo D. Fainstein

Lugar : Auditorio del CSEN

Biodiversidad, Cambio Climático y Energía Nuclear

Fecha : 22.05.2007

Expositor : Jose Osoreo

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Proyecto RLA/8/042 Aplicaciones de la Tecnología Nuclear en el Mejoramiento de los Procesos Industriales y en la Preservación del Medio Ambiente

Fecha : 25.05.2007

Expositor : Carlos Sebastian

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Proyecto RLA/8/043 Uso de las Técnicas Analíticas Nucleares y Desarrollo de la Base de Datos para la Caracterización y Preservación de Objetos de la Herencia Cultural

Fecha : 01.06.2007

Expositor : Julio Santiago Contreras

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

La Protección del Medio Ambiente: Una Demanda Social y una Obligación de los Ciudadanos

Fecha : 05.06.2007

Expositor : Susana Gonzáles

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Charla sobre Protección Radiológica al IST Maria Rosario Araoz Pinto

Fecha : 06.06.2007

Expositor : Regulo Visurraga Sosa

Lugar : Auditorio del CSEN

Progresos en los Programas de Investigación Científica

Fecha : 19.06.2007

Expositor : Peter Bode

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Curso-Taller de Arqueometría y Bioarqueología en el Perú

Fecha : 25-28.06.2007

Expositores : Paula Olivera, Pablo Mendoza,

Marco Munive, Eduardo Cunya, Alcides López,

Julio Santiago

Lugar : Facultad de Ciencias Físicas de la UNMSM, Auditorio Centro Nuclear

Seminario Internacional sobre Inteligencia Empresarial y Gestión del Conocimiento

Fecha : 26.06.2007

Expositor : Concytec

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Protección Radiológica en Exposiciones Médicas

Fecha : 11.07.2007

Expositor : Tony Benavente

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

1st Virtual Forum of Global Research Communities

(Videoconferencia)

Fecha : 11.07.2007

Lugar : Auditorio del CSEN

Charla de Difusión de END al SENATI

Fecha : 25.09.2007

Expositor : Regulo Visurraga

Lugar : Auditorio del CSEN

Seguridad Física en el RP-0

Fecha : 26.09.2007

Expositores : Edgard Medina, Rolando Arrieta,

Emilio Veramendi

Lugar : Auditorio del CSEN

Importancia de la Protección Radiológica en el Sector Salud

Fecha : 20.10.2007

Expositor : Renán Ramirez

Lugar : Auditorio del CSEN

Experimentos de Neutrinos y Rayos Cósmicos

Fecha : 14.11.2007

Expositor : Javier Solano

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Evolución Histórica de la Cooperación Técnica Brindada por el OIEA

Fecha : 21.11.2007

Expositor : Alberto Montano

Lugar : Auditorio del CSEN

Posibilidades de la Generación Nucleoeléctrica en el Perú

Fecha : 21.11.2007

Expositor : Juan Ávila

Lugar : Auditorio del CSEN

Situación actual y Proyección de las Exploraciones de Uranio en el Perú

Fecha : 21.11.2007

Expositor : Jacinto Valencia

Lugar : Auditorio del CSEN

Aplicaciones de la Tecnología Nuclear en la Industria del Petróleo y Gas

Fecha : 21.11.2007

Expositor : Carlos Sebastian

Lugar : Auditorio del CSEN

Sistema Diseñado para Identificar Fallas en Elementos Combustibles tipo MTR

Fecha : 22.11.2007

Expositor : Luis Antonio Albiac Terremoto

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

Aplicaciones de Hidrología Isotópica - El Acuífero de Lima

Fecha : 22.11.2007

Expositor : Juan Carlos Ruiz

Lugar : Auditorio del CSEN

Experiencias Nacionales en la Evaluación de la Radiactividad Ambiental

Fecha : 22.11.2007

Jose Osoreo

Lugar : Auditorio del CSEN

Aplicaciones de Trazadores e Isótopos Ambientales en Minería

Fecha : 22.11.2007

Expositor : Jacinto Valencia

Lugar : Auditorio del CSEN

Producción de Radioisótopos para Aplicaciones Médicas

Fecha : 22.11.2007

Expositor : Danfer Huapaya

Lugar : Auditorio del CSEN

Aplicaciones de la Energía Nuclear en la Agricultura, Alimentación y Agroexportación

Fecha : 22.11.2007

Johnny Vargas

Lugar : Auditorio del CSEN

Aspectos Normativos y de Seguridad en el Perfilaje de Pozos Petroleros

Fecha : 23.11.2007

Expositor : Marco Munive

Lugar : Auditorio del CSEN

Técnicas Nucleares al Servicio de la Arqueología en el Perú

Fecha : 23.11.2007

Expositor : Paula Olivera

Lugar : Auditorio del CSEN

Experiencia Nacional sobre la Técnica del Insecto Estéril

Fecha : 23.11.2007

Expositor : Daniel Alama

Lugar : Auditorio del CSEN

Medición de Quemado con el Uso de la Espectrometría Gamma Experiencia en Brasil

Fecha : 30.11.2007

Expositor : Luis Antonio Albiac Terremoto

Lugar : Auditorio Centro Nuclear

XXIII Seminario sobre Tecnología Nuclear

Fecha : 21-23.11.2007

Expositores : Alberto Montano, Juan Ávila, Jacinto Valencia, Carlos Sebastian, Juan Ruiz, José Osoreo, Danfer Huapaya, Johnny Vargas, Marco Munive, René Herrera, José Solís, Paula Olivera, Daniel Alama

Lugar : Auditorio del CSEN

Tercer Encuentro de Ensayos No Destructivos

Fecha : 1.12.2007

Expositores : V. Falconí, F. Guzmán, U. Huamán, J. Huertas, R. León, T. Mangold, H. Miranda, A. Reyna, S. Rosario, J. Ruiz, H. Urteaga

F.5 Disertaciones del Personal en Conferencias y Charlas Organizadas por otras Instituciones

La Nariz Electrónica

Fecha : 25-26.01.2007

Expositor : José Solís

Lugar : Academia Nacional de Ciencia y Tecnología (ANCYT)

Física Nuclear: Historia y aplicaciones

Fecha : 14.02.2007

Expositor : Modesto Montoya

Lugar : Universidad Nacional San Luis Gonzaga – Ica

Irradiación de Alimentos y Plantas Medicinales

Fecha : 8.05.2007

Expositor : Johnny Vargas

Lugar : Federación Nacional de Químicos Farmacéuticos. Local Institucional

Desarrollo de un Sistema Portátil de Análisis de Calidad de Agua

Fecha : 23-25.05.2007

Expositor : José Solís

Lugar : II Encuentro de Investigadores Subvencionados y Becarios del CONCYTEC

Biodiversidad y Energía Nuclear

Fecha : 5.06.2007

Expositor : José Osoreo

Lugar : Universidad Nacional de Educación Enrique Guzmán y Valle de la Cantuta

Seguridad Radiológica en Gammagrafía

Fecha : 17.10.2007

Expositor : Regulo Visurraga

Lugar : Fiansa

Irradiación de Alimentos y Agroexportación

Fecha : 20.07.2007

Expositor : Johnny Vargas

Lugar : Universidad Nacional del Callao

Aplicación de la Física Nuclear en Medicina

Fecha : 4-10.2007

Expositor : Modesto Montoya

Lugar : ESSALUD

El Uranio desde el Mineral hasta el Reactor

Fecha : 10-12.10.2007

Expositor : Modesto Montoya

Lugar : Seminario “Uranio en el Perú: Potencial y Desarrollo Futuro”. Colegio de Ingenieros del Perú, Consejo

La Matemática en las Ciencias Nucleares

Fecha : 15-16.10.2007

Expositor : Modesto Montoya

Lugar : X Taller de Investigación 2007. UNMSM

Empresa Nacional y Tecnología; Una Demanda Insatisfecha

Fecha : 25.10.2007

Expositor : Modesto Montoya

Lugar : Universia, Lima

Aplicaciones de la Física Nuclear y el TLC

Fecha : 29.11.2007
Expositor : Modesto Montoya
Lugar : Universidad César Vallejo,
Trujillo

Irradiación de Alimentos y Productos Naturales para la Exportación

Fecha : 1.12.2007
Expositor : Johnny Vargas
Lugar : Colegio de Ingenieros del Perú

La Ciencia y el Desarrollo

Fecha : 7.12.2007
Expositor : Modesto Montoya
Lugar : XXIII Aniversario de la creación de la Facultad de Ciencias Naturales y Matemática. UNMSAM

Ciencia, Tecnología y Empresa

Fecha : 24.11.2007
Expositor : Modesto Montoya
Lugar : Municipalidad de Comas

Ciencia, Tecnología y Desarrollo

Fecha : 13.12.2007
Expositor : Modesto Montoya
Lugar : Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, UNFV

G. Becarios

Julieta Gladys (Univ. de Arequipa)
Programa de Especialización en Aplicaciones Tecnológicas de la Energía Nuclear
Lugar : Instituto Balseiro Bariloche, Argentina
Fecha : 12.02.2007 - 12.02.2008

Cabrera Sotelo (Univ. de Arequipa)
Programa de Especialización en Aplicaciones Tecnológicas de la Energía Nuclear
Lugar : Instituto Balseiro Bariloche, Argentina
Fecha : 12.02.2007 - 12.02.2008

Luz Gómez Pando (UNALM)
Participación en el II Taller de Coordinación para la Elaboración del Plan Estratégico Regional del OIEA
Lugar : La Paz, Bolivia
Fecha : 1-16.03.2007

María Velásquez Campos (CMN-IPEN-INEN)
Curso Regional de Entrenamiento a Distancia para Tecnólogos en Medicina Nuclear
Lugar : Montevideo, Uruguay
Fecha : 03-07.03.2007

Patricia Bedregal S.
I Reunión de Coordinadores del Proyecto Manejo Mejorado a Nivel de la Región de Acuíferos Contaminados con Metales RLA/1/010
Lugar : Viena, Austria
Fecha : 26-30.03.2007

José Osoreo R.
Capacidades Analíticas de Perú en la Vigilancia Radiológica de Alimentos. Primera Reunión de Coordinadores del proyecto RILARA. Comisión Ecuatoriana de Energía Atómica
Lugar : Quito, Ecuador
Fecha : 9-13.04.2007

Silvia Vásquez A.

EMBO Practical Course on Comparative Genomics. Proyecto de Investigación Anotación de Secuencias por Bioinformática

Lugar : Río de Janeiro, Brasil
Fecha : 09-16.04.2007

Ana Maria Paulini Palacios (U. de Piura)
Taller de Coordinación Técnica de las Contrapartes de Proyectos de Cooperación Técnica sobre Recursos Hídricos para el Ciclo 2007-2008

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 16-19.04.2007

Ignacio Benavent Trullenque (Univ. de Piura)
Taller de Coordinación Técnica de las Contrapartes de Proyectos de Cooperación Técnica sobre Recursos Hídricos para el Ciclo 2007-2008

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 16-19.04.2007
José Solís Veliz

Taller Latinoamericano sobre Aplicaciones de Difracción de Energías

Lugar : Campinas, Brasil
Fecha : 16-20.04.2007

Luz Gómez Pando (UNALM)
III Taller de Coordinación para la Elaboración del Perfil Estratégico Regional de América Latina y el Caribe

Lugar : Madrid, España
Fecha : 16-20.04.2007

Julio Santiago Contreras
I Reunión de Coordinadores del proyecto ARCAL RLA/8/043 Uso de Técnicas Analíticas Nucleares y Elaboración de Base de Datos para la Caracterización y Preservación de la Herencia Cultural Nacional

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 23-27.04.2007

Tony Benavente Alvarado
Taller Regional sobre Aspectos Físicos de la Optimización de la Producción Radiológica en Radiodiagnóstico y en Intervenciones Guiadas por Rayos X

Lugar : San José de Costa Rica, Costa Rica
Fecha : 07-11.05.2007

Fernando Pachas
Taller Regional sobre Aspectos Físicos de la Optimización de la Producción Radiológica en Radiodiagnóstico y en Intervenciones Guiadas por Rayos X

Lugar : San José de Costa Rica, Costa Rica
Fecha : 07-11.05.2007

Genaro Rodríguez C.
Curso Regional sobre Introducción a los Requisitos de Seguridad Radiológica para el Centro de la Exposición al Público, la Clausura de Instalaciones y Recuperación de Áreas Contaminadas y Elaboración de las Políticas Nacionales

Lugar : Montevideo, Rep. Oriental del Uruguay
Fecha : 07-11.05.2007

Germán Cáceres V.
Curso Regional sobre Introducción a los Requisitos de Seguridad Radiológica para el

Centro de la Exposición al Público, la Clausura de Instalaciones y Recuperación de Áreas Contaminadas y Elaboración de las Políticas Nacionales

Lugar : Montevideo, Rep. Oriental del Uruguay
Fecha : 07-11.05.2007

Carlos Sebastián C.

I Reunión de Coordinadores del Proyecto RLA/8/042 Aplicaciones de la Tecnología Nuclear en el Mejoramiento de los Procesos Industriales y en la Preservación del Medio Ambiente

Lugar : San José de Costa Rica, Costa Rica
Fecha : 07-11.05.2007

Conrado Seminario Arce

VIII Reunión del Órgano de Coordinación Técnica de ARCAL

Lugar : Isla Margarita, Venezuela
Fecha : 21-25.05.2007

Emma Castro G.

III Congreso Internacional Latinoamericano de Banco de Tejidos y Cultivos Celulares

Lugar : Cancún, México
Fecha : 23-26.05.2007

José Páez A.

Curso Regional de Capacitación "Field Programmable Gate Array (FPGA) in Nuclear Instruments"

Lugar : México D.F., México
Fecha : 04-15.06.2007

Pablo Arias Carbajal

Curso Regional de Capacitación "Field Programmable Gate Array (FPGA) in Nuclear Instruments"

Lugar : México D.F., México
Fecha : 04-15.06.2007

Conrado Seminario Arce

Reunión Regional Destinada a Funcionarios Gubernamentales sobre el Marco Jurídico Internacional por el que se rigen la Seguridad Nuclear Tecnológica y Física y las Salvaguardias para Estados Miembros de América Latina y el Caribe

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 18-20.06.2007

Renán Ramírez Q.

Reunión Regional Destinada a Funcionarios Gubernamentales sobre el Marco Jurídico Internacional por el que se rigen la Seguridad Nuclear Tecnológica y Física y las Salvaguardias para Estados Miembros de América Latina y el Caribe

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 18-20.06.2007

María Velásquez C. (CMN-IPEN-INEN)

Reunión Final de Coordinadores del Proyecto RLA/6/048 ARCAL LXXIII

Lugar : Montevideo, Rep. Oriental del Uruguay
Fecha : 09-13.06.2007

Hereclides Plinio Obregón Vilchez (INCOR)

Taller Regional sobre Protección Radiológica para Cardiólogos Intervencionistas

Lugar : San José de Costa Rica, Costa Rica
Fecha : 18-20.06.2007

Silvia Vásquez A.

Curso Teórico-Práctico de Cáncer de Hígado, Patogenesis y Factores de Riesgo

Lugar : Medellín, Colombia
Fecha : 18-23.06.2007

Gustavo Sarria Bardales (INEN)

Primera Reunión de Coordinadores del Proyecto ARCAL RLA/6/058

Lugar : Montevideo, Rep. Oriental del Uruguay
Fecha : 25-29.06.2007

Renán Ramírez Q.

Foro Iberoamericano de Organismos Reguladores Radiológicos y Nucleares

Lugar : Cancún, México
Fecha : 5-6.07.2007

Carlos Ampuero

Reunión Técnica para Elaborar un Proyecto de Texto para la Revisión de las Normas Básicas de Seguridad (NBS)

Lugar : Viena, Austria
Fecha : 16-20.07.2007

Pablo Mendoza H.

Curso Virtual de Cualimetría y Quimiometría- Univ. Nac. de San Martín

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 1.08-31.10.2007

Alfonso Vilca (DIGESA)

Curso Virtual de Cualimetría y Quimiometría- Univ. Nac. de San Martín

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 1.08-31.10.2007

Marco Munive Sánchez

Capacitación y Entrenamiento sobre Implementación de una Facilidad de Análisis por Activación Neutrónica por Gammas Inmediatos

Lugar : Santiago de Chile, Chile
Fecha : 6-23-09.2007

Juan Ávila L.

Curso de Capacitación sobre Evaluación y Análisis de la Demanda de Energía Usando el Modelo MAED

Lugar : Caracas, Venezuela
Fecha : 13-31.08.2007

Carlos Cáceres C. (MEM)

Curso de Capacitación sobre Evaluación y Análisis de la Demanda de Energía Usando el Modelo MAED

Lugar : Caracas, Venezuela
Fecha : 13-31.08.2007

Iván Llamas

Curso de Capacitación para Países Miembros y Asociados de MERCOSUR sobre Respuesta al Tráfico Ilícito de Materiales Nucleares y otras Fuentes Radiactivas

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 27-30.08.2007

Rubén Yañez Castañeda (PNP)

Curso de Capacitación para Países Miembros y Asociados de MERCOSUR sobre Respuesta al Tráfico Ilícito de Materiales Nucleares y otras Fuentes Radiactivas

Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 27-30.08.2007

- Alberto Gallardo Padilla
Capacitación y Entrenamiento Avanzado en Neutrónica para Gestión de Núcleos con Combustibles Mixtos
 Lugar : Bariloche, Argentina
 Fecha : 03.09-30.11.2007
- Patricia Bedregal S.
Conferencia Internacional sobre Tendencias Modernas en Actividad Neutrónica
Lugar : Tokio, Japón
 Fecha : 16-21.09.2007
- Manuel Otero P.
Visita Científica Relacionada con la Preparación, Marcación y Control de Anticuerpos Monoclonales Marcados con Tc-99m
 Lugar : Ciudad de la Habana, Cuba
 Fecha : 03-14.09.2007
- Conrado Seminario A.
51° Conferencia General del OIEA
 Lugar : Viena, Austria
 Fecha : 17-21.09.2007
- Omar Cáceres (INS)
Capacitación en el Departamento de Medicina Nuclear
 Lugar : Río de Janeiro, Brasil
 Fecha : 17.09-17.10.2007
- Gloria Minaya (INS)
Capacitación en Técnicas Biológicas Moleculares e Inmudiagnóstico
 Lugar : Río de Janeiro, Brasil
 Fecha : 24.09-13.10.2007
- Marco Espinoza Zevallos
Reunión Técnica sobre Estrategias de Rehabilitación para Gestionar la Responsabilidad Ambiental en un Entorno de Recursos Limitados
 Lugar : Viena, Austria
 Fecha : 1-5.10.2007
- Gerardo Maghella Seminario
Taller Regional de Entrenamiento sobre Estudios de Distribución de Tiempos de Residencia (RTD) y Correlación Cruzada para el Diagnóstico del Funcionamiento de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales
 Lugar : Santos, Brasil
 Fecha : 1-5.10.2007
- Félix Quenta (SENASA)
Taller de Capacitación en Tratamiento Fitosanitario
 Lugar : México D.F., México
 Fecha : 1-5.10.2007
- Yuliana Ayala Piñella (Centro de Radioterapia de Lima)
Curso Regional de Capacitación para la Implementación de las Recomendaciones IAEA/TR430: Garantía de Calidad de Sistemas Computarizados para la Planificación de Tratamientos de Radioterapia
 Lugar : Cartagena de Indias, Colombia
 Fecha : 2-6.10.2007
- Josue Olortegui Obregón (Hospital Edgardo Rebagliati Martins)
Curso Regional de Capacitación para la Implementación de las Recomendaciones
- IAEA/TR430: Garantía de Calidad de Sistemas Computarizados para la Planificación de Tratamientos de Radioterapia**
 Lugar : Cartagena de Indias, Colombia
 Fecha : 2-6.10.2007
- Mario Mallaupoma G.
Reunión Regional sobre Requisitos de Seguridad para la Gestión de los Desechos Radiactivos en Diferentes Situaciones
 Lugar : Río de Janeiro, Brasil
 Fecha : 3-12.10.2007
- Eduardo Medina Gironzini
IV Congreso Latinoamericano de Física Médica
 Lugar : Cartagena de Indias, Colombia
 Fecha : 7-10.10.2007
- Ana Murguía Quintana (UPCH)
Proyecto Genómica de Alpacas: Identificaciones de Genes Expresados y Marcadores Genéticos Asociados con Productividad y Mortalidad Embrionaria PER/5/029
 Lugar : Viena, Austria
 Fecha : 15.10-14.12.2007
- Constantino León Benites
II Taller Regional de Reactores Experimentales y III Taller Nacional de Reactores Experimentales y de Producción
 Lugar : Rosario, Argentina
 Fecha : 22-26.10.2007
- Edith López Moreno
Curso Regional de Capacitación en Determinación de Exposición Ocupacional debido a la Incorporación de Radionucleidos
 Lugar : Río de Janeiro, Brasil
 Fecha : 29.10-9.11.2007
- Luis Zapata Arias
Curso Regional de Capacitación en Determinación de Exposición Ocupacional debido a la Incorporación de Radionucleidos
 Lugar : Río de Janeiro, Brasil
 Fecha : 29.10-9.11.2007
- Marco Espinoza Zevallos
Taller Regional sobre los TECDOC-260 y 405, ISO 192.38:2004 (Serie de Informes Técnicos)
 Sede : Ciudad de la Habana, Cuba
 Fecha : 29.10-2.11.2007
- Jacinto Valencia Herrera
Curso de Entrenamiento: Explore 0701: Training Programme on U Geologic Exploration and Mining Focussed at Sandtone Types Deposits
 Lugar : Straz Pod Ralskem, República Checa
 Fecha : 15.10-9.11.2007
- Jorge Condori Ccari
Curso de Entrenamiento: Explore 0701: Training Programme on U Geologic Exploration and Mining Focussed at Sandtone Types Deposits
 Lugar : Straz Pod Ralskem, República Checa
 Fecha : 15.10-9.11.2007
- Roque Cano P.
Simposio Internacional sobre Aplicaciones Clínicas de PET y Medicina Molecular
 Lugar : Bangkok, Tailandia
 Fecha : 10-14.11.2007

Enoc Mamani Humpiri
Taller Regional de Capacitación sobre Diseño y Análisis de Bases de Datos y Aplicación de Modelos de Transporte de Contaminantes
Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 12-16.11.2007

Gerardo Maghella Seminario
Taller Regional de Capacitación sobre Diseño y Análisis de Bases de Datos y Aplicación de Modelos de Transporte de Contaminantes
Lugar : Buenos Aires, Argentina
Fecha : 12-16.11.2007

Aida Cordero (UNALM)
Curso de Entrenamiento Introducción a la Evaluación y a la Metodología de Confirmación de la Presencia de Residuos de Drogas en Veterinaria
Lugar : Sibersdorf, Austria
Fecha : 12-30.11.2007

Ricardo Ruíz Pineda
Reunión Técnica del Organismo Internacional de Energía Atómica sobre Procesamiento de Señales y Electrónica para Espectrometría Nuclear
Lugar : Viena, Austria
Fecha : 20-23.11.2007

José Osoro Rebaza
I Taller Interregional Organizado por la Red Iberoamericana de Laboratorios de Análisis de Radiactividad en Alimentos (RILARA)
Lugar : Ciudad de la Habana, Cuba
Fecha : 26-30.11.2007

Juan Mori Rojas (INEN)
Curso Regional de Capacitación “Física para Radioterapia Clínica”
Lugar : Punta del Este, Uruguay
Fecha : 1-4.12.2007

Gisely Hajar Guerra (Instituto Nacional de Salud)
Reunión Final del Proyecto RLA/6/055 Uso de Técnicas Moleculares y Radioisotópicas para el Fortalecimiento de la Vigilancia y Control de la Malaria en la Subregión Andina
Lugar : Isla Margarita, Venezuela
Fecha : 3-7.12.2007

Patricia Bedregal Salas
Taller Internacional sobre Utilización de un Reactor Nuclear de Investigación: 50 años de Operación Sostenible RLA/9/022
Lugar : Sao Paulo, Brasil
Fecha : 3-6.12.2007

Jacinto Valencia Herrera
Reunión Regional sobre Tecnologías Correctivas Aplicadas a Proyectos de Minería de Uranio
Lugar : San Rafael, Argentina
Fecha : 10-14.12.2007

Marco Espinoza Zevallos
Reunión Regional sobre Tecnologías Correctivas Aplicadas a Proyectos de Minería de Uranio
Lugar : San Rafael, Argentina
Fecha : 10-14.12.2007

Marco Ubillus
Curso Regional de Capacitación sobre la Aplicación de la Técnica de Trazadores para la Gestión de Cuerpos de Agua Superficiales Contaminados con Metales

Lugar : Barquisimeto, Venezuela
Fecha : 10/12/2007 - 14/12/2007

H. Proyectos de Investigación con Financiamiento Nacional e Internacional (Concurados)

Proyecto PROCYT-333 CONCYTEC-AOJ:
Membranas Nanoestructuradas para Aplicaciones Ambientales.

Proyecto FINCYT PIBAP-2007: **Generación de Alpacas Reproductoras de Alta Producción en la Selección asistida con Marcadores Genéticos de ADN.**

I. Patentes

C.I.P. 7C08B 37/08, A61L 15/00:
Preparación de Quitina y Quitosano utilizando Radiación Gamma. Resolución N° 001302-2007/OIN-INDECOPI. Gestor-Inventor: Dr. Julio Santiago Contreras

J. Proyectos Financiados por el Organismo Internacional de Energía Atómica mediante el Acuerdo Regional para la Cooperación en América Latina (ARCAL)

J.1 Proyectos Nacionales para el Bienio 2007-2008

PER/0/022 **Desarrollo de Recursos y Apoyo a la Tecnología Nuclear**
Coordinador: Conrado Seminario Arce (IPEN)

PER/5/029 **Genómica de Alpacas: Identificación de Genes Expresados y Marcadores Genéticos Asociados con la Productividad y Mortalidad Embrionaria**
Coordinador : Armando Hung Chaparro (UPCH)

PER/5/030 **Mejoramiento Genético de Quinoa y Kiwicha Usando Mutaciones Inducidas y Biotecnología**
Coordinador : Luz Gómez Pando (UNALM)

PER/8/015 **El Acuífero de Mancora: Desarrollo de un Plan de Manejo con Ayuda de Métodos Hidroquímicos e Isotópicos para Prevenir la Intrusión de Agua de Mar**
Coordinador : Ignacio Benavent (U. de Piura)

J.2 Proyectos ARCAL para el Bienio 2007 -2008

RLA/0/034 **Programación Nacional y Regional**
Coordinador : Iván Llamas Montoya (IPEN)

RLA/0/035 **Promoción de la Cooperación Técnica entre Países en Desarrollo y Fortalecimiento del Acuerdo ARCAL a fin de Contribuir con los**

Programas de Cooperación Técnica en América Latina

Coordinador : Alberto Montano Chuqui (IPEN)

RLA/1/010 Manejo Mejorado a Nivel de la Región de Acuíferos Contaminados con Metales

Coordinador : Patricia Bedregal Salas

RLA/2/013 Estudios de Correlación entre la Deposición Atmosférica y Problemas Sanitarios en América Latina: Técnicas Analíticas Nucleares y Biomonitorio de la Polución Atmosférica

Coordinador : Jasmin Hurtado Custodio (UPCH)

RLA/6/050 Implementación de una Red de Control y Aseguramiento de la Calidad para Diagnóstico Molecular de Enfermedades Producidas por Insectos

Coordinador : Omar Cáceres Rey (INS)

RLA/6/051 Fortalecimiento de la Actuación de Profesionales en Física Médica

Coordinador : Eduardo Medina Gironzini (IPEN)

RLA/6/058 Mejoramiento del Aseguramiento de la Calidad en Radioterapia en la Región de América Latina

Coordinador : Luis Pinillos Ashton (INEN)

RLA/6/059 Implementación y Evaluación de Programas de Intervención para Prevenir y Controlar la Obesidad Infantil en América Latina

Coordinador : Javier Pajuelo Ramirez (Instituto de Investigaciones Clínicas-UNMSM)

RLA/8/041 Aplicación de Técnicas Isotópicas para el Manejo Integrado de Acuíferos Costeros

Coordinador : Rubén Rojas Molina (IPEN)

RLA/8/042 Aplicación de Tecnología Nuclear para la Optimización de Procesos Industriales y para la Protección del Medio Ambiente

Coordinador : Carlos Sebastián Calvo (IPEN)

RLA/8/043 Uso de Técnicas Analíticas Nucleares y Desarrollo de Base de Datos para la Caracterización y Preservación de Objetos de la Herencia Cultural

Coordinador : Julio Santiago Contreras (IPEN)

J.3 Proyectos Regionales Bienio 2007-2008

RLA/2/012 Cooperación y Desarrollo de Conocimientos Orientados Lograr la Excelencia en Radiofarmacia y Radioquímica

Coordinador : Conrado Seminario Arce (IPEN)

RLA/3/006 Modernización a Nivel Regional de las Técnicas de Exploración, Explotación y Producción de Pasta Amarilla Teniendo en Cuenta los Aspectos Ambientales

Coordinador : Jacinto Valencia Herrera (IPEN)

RLA/4/020 Ingeniería de Cascos para el Transporte de Combustible Gastado de Reactores de Investigación

Coordinador : Constantino León Benites (IPEN)

RLA/5/049 Control Integrado de Fasciolosis en América Latina (en Apoyo a Programas Nacionales)

Coordinador : José Espinoza Babilón (SENASA)

RLA/6/055 Uso de Técnicas Moleculares y Radioisotópicas para Fortalecer los Programas de Evaluación y Control de la Malaria

Coordinador : Giselly Hajar Guerra (INS)

RLA/9/053 Fortalecimiento de la Infraestructura Regulatoria Nacional para el Control de Fuentes Radiactivas

Coordinador : Renán Ramírez Quijada (IPEN)

RLA/9/054 Fortalecimiento de los Sistemas Nacionales para la Preparación y Respuesta a Emergencias Nucleares y Radiológicas

Coordinador : Renán Ramírez Quijada (IPEN)

RLA/9/055 Fortalecimiento de la Infraestructura Nacional y del Marco Regulatorio para la Gestión Segura de los Desechos Radiactivos en los Países de América Latina

Coordinador : Mario Mallaupoma Gutiérrez (IPEN)

RLA/9/056 Fortalecimiento y Actualización de las Capacidades Técnicas para la Protección de la Salud y de la Seguridad de Trabajadores Ocupacionalmente Expuestos a Radiaciones Ionizantes

Coordinador : José Osoreo Rebaza (IPEN)

RLA/9/057 Protección Radiológica de Pacientes en Exposición Radiológica

Coordinador : Tony Benavente Alvarado (IPEN)

J.4 Contratos de Investigación 2006-2007

11811 Mejoramiento de la Producción de Leche en la Región de Cañete, Perú

Contraparte : Carlos Gómez (UNALM)

11926 Determinación de Elementos Traza y Metales Pesados en Productos Agrícolas Cultivados a lo Largo del Río Rimac

Contraparte : Patricia Bedregal Salas (IPEN)

11936 Determinación de Niveles de Contaminación por Plomo y Cadmio en Mujeres Embarazadas que Viven en una Zona Minera del Perú

Contraparte : Guillermo López de Romaña (Fondo de Desarrollo Agrario)

12012 Desarrollo de una Metodología para la Producción y Control de Calidad de Fuentes Selladas en Miniatura

Contraparte : Maria Benites Vidal (IPEN)

13314 Estrategias de Curación del Cáncer de Mama

Contraparte : Jorge Moscol Ledesma

14086 Desarrollo de Radiofármacos Terapéuticos basados en ¹⁷⁷Lu para Radioterapia Metabólica

Contraparte : Eleazar Aliaga Rojas (IPEN)

K. Misiones y Visitas de Expertos

Nombre : Jersy Knapik Félix
Procedencia : Polonia
Período : 19-23.03.2007
Tema : **Curso Regional sobre Fundamentos de Protección Física de los Materiales e Instalaciones Nucleares**

Nombre : Lardiez Holgado
Procedencia : España
Período : 19-23.03.2007
Tema : **Curso Regional sobre Fundamentos de Protección Física de los Materiales e Instalaciones Nucleares**

Nombre : María Cecilia Urbina Paredes
Procedencia : Viena, Austria
Período : 03-08.06.2007
Tema : **Evaluación Proyectos de Cooperación Técnica del OIEA**

Nombre : Dalibor Kysela
Procedencia : USA
Período : 11-16.08.2007
Tema : **Evaluación de Proyectos OIEA PER/1/014, PER/4/022, PER/8/011, y PER/8/013**

Nombre : Alan Ketring
Procedencia : USA
Período : 11-16.08.2007
Tema : **Evaluación de Proyectos OIEA PER/1/014, PER/4/022, PER/8/011, y PER/8/013**

Nombre : Luis Antonio Albear Terremoto
Procedencia : Brasil
Período : 3-28.09.2007
Tema : **Evaluación PER/0/021 Optimización de la Operación del RP-10 a través de Actividades de Medición del Quemado de Elementos Combustibles Irradiados**

Nombre : Pablo Adelfang (IAEA)
Procedencia : Argentina
Período : 15-17.10.2007
Tema : **Elaboración de un Plan de Acción Destinado a Optimizar la Operación del RP-10**

Nombre : Cristopher John Heysel
Procedencia : Canadá
Período : 15-17.10.2007
Tema : **Elaboración de un Plan de Acción Destinado a Optimizar la Operación del RP-10**

Nombre : Nigel Mote
Procedencia : USA
Período : 15-17.10.2007
Tema : **Elaboración de un Plan de Acción Destinado a Optimizar la Operación del RP-10**

Nombre : Mathew Ross Sanford
Procedencia : USA
Período : 15-17.10.2007
Tema : **Elaboración de un Plan de Acción Destinado a Optimizar la Operación del RP-10**

Nombre : Peter Ellis
Procedencia : Australia
Período : 29.10-1.11.2007
Tema : **Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Materiales Radiactivos**

Nombre : Richard Rawl
Procedencia : USA
Período : 29.10-1.11.2007
Tema : **Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Materiales Radiactivos**

Nombre : Michael Wangler
Procedencia : Alemania
Período : 29.10-1.11.2007
Tema : **Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Materiales Radiactivos**

Nombre : Ann Margreth Ericsson
Procedencia : Suecia
Período : 29.10-1.11.2007
Tema : **Curso Nacional de Seguridad Física en el Transporte de Materiales Radiactivos**

Nombre : Ivona Zarejko
Procedencia : Polonia
Período : 13-16.11.2007
Tema : **Curso Aplicación de la Inducción de Mutaciones y la Producción de Dobles Aploides en el Mejoramiento Genético de las Plantas**

Nombre : Luis Antonio Alviac Terremoto
Procedencia : Brasil
Período : 19.11-12.12.2007
Tema : **Evaluación del Quemado de Combustible Nuclear en el RP-10**

Índice de Autores

A

| | |
|------------|----------|
| Acevedo M. | 72 |
| Agapito J. | 200, 221 |
| Aguirre J. | 253 |
| Agurto G. | 258 |
| Alama D. | 243 |
| Alarcón H. | 166 |
| Alarcón J. | 79 |
| Álvarez F. | 183 |
| Arias N. | 192 |
| Arrieta R. | 138 |

B

| | |
|-------------|---------------|
| Baltuano O. | 37,127,147 |
| Bedregal P. | 15,42,127,225 |
| Bravo L. | 179 |

C

| | |
|---------------|-----------------|
| Cabrera J. | 86,92 |
| Cano R. | 179 |
| Carhuapoma W. | 98 |
| Carlos I. | 179 |
| Castillo P. | 187 |
| Castro E. | 216,225,230,235 |
| Castro J. | 133 |
| Cerrón E. | 111 |
| Cifuentes E. | 127,258 |
| Cohen I. | 15 |
| Comina G. | 166 |
| Condori J. | 151,262 |
| Cunya E. | 22 |

E

| | |
|-------------|-------------|
| Egoavil R. | 63 |
| Espinoza J. | 221 |
| Espinoza M. | 159,192,200 |
| Estrada W. | 55 |

F

| | |
|-------------------|-----|
| Fernandez I. | 253 |
| Ferreira A. de M. | 253 |
| Flores Y. | 253 |

G

| | |
|-------------|------------|
| Gago J. | 72,127,141 |
| Gallardo A. | 133 |
| García A. | 179 |
| Gilvonio L. | 147 |

| | |
|--------------|-----|
| Greenwich R. | 3 |
| Guevara B. | 258 |

H

| | |
|--------------|-----|
| Hernández Y. | 127 |
| Huapaya I. | 111 |

I

| | |
|------------|-----|
| Iglicki A. | 253 |
|------------|-----|

J

| | |
|----------|----|
| Jorge C. | 55 |
|----------|----|

L

| | |
|------------|-----------------------------|
| Lamas J. | 111 |
| León K. | 37,187,207,211 |
| Leyva O. | 183 |
| Linares M. | 173,216,225,230, 235,243 |
| Lobato I. | 9,47,103 |
| López A. | 25,63,72,79,86,98 |
| López J. | 269 |

M

| | |
|---------------|------------------|
| Maguiña J. | 156 |
| Mallaupoma M. | 248,269 |
| Mamani E. | 151,156 |
| Medina M. | 200 |
| Medina R. | 147 |
| Mendoza M. | 127 |
| Mendoza P. | 15,42,127 |
| Mondino A. | 92 |
| Montoya E. | 15,42,47 |
| Montoya M. | 9,20 |
| Morales R. | 179 |
| Munive M. | 22,37,72,141,147 |

O

| | |
|-------------|-------------|
| Olivera P. | 3,22,30 |
| Oliveros N. | 192 |
| Osores J. | 159,183,253 |
| Ovalle E. | 138 |

P

| | |
|-------------|----|
| Palomino J. | 55 |
| Paraguay F. | 79 |

Pardo J. 258
Paria R. 68
Pérez N. 225

Q

Quintana M. 159,200
Quispe F. 173

R

Ramos A. 98
Ramos F. 138
Revilla A. 200
Robles A. 225,230,235
Rodríguez J. 55,63,72,79
Rodríguez Jo. 221
Rojas J. 9,103
Rojas N. 211
Romero M. 253

S

Sánchez J. 200
Santana S. 179
Santiago J. 25,86,92,98,187,
207,211
Santos D. 179
Smolko E. 92
Sobreira A. 269
Solís J. 55,68,141,147,166

T

Terremoto L. 133
Ticona N. 216
Torres B. 15,42,265

U

Ubillús M. 15,42
Urcia A. 138

V

Valencia J. 151,156
Vargas J. 173,230,235,243
Vásquez L. 253
Vela M. 133
Venero J. 166
Villa B. 72
Villacaqui E. 211
Villanueva L. 243
Vivanco M. 173,230,235,243

Z

Zanabria C. 147
Zanabria P. 55
Zapata L. 138
Zúñiga A. 111,119
Zúñiga P. 55