



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

PERFECCIONAMIENTO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32 DEL ININ, MEDIANTE LA APLICACIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS NUCLEARES.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE: INGENIERO QUIMICO

PRESENTA:

CARLA PAULINA ZEPEDA ROJAS.

**Asesor externo: Dr. José Alanis Morales
Centro Nuclear (ININ).**

**Asesor interno: M. en C. Anabel Cruz Flores
Fac. Ing. Química (UMSNH)**



Morelia, Mich.

Enero 2007

Este trabajo de tesis fue desarrollado en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (México), en la Dirección de Investigación Tecnológica, Gerencia de Aplicaciones Nucleares en la Salud y Departamento de Materiales Radiactivos en el periodo de enero de 2006 a enero del 2007.

INDICE

	Pág
GLOSARIO	vii
TABLAS Y FIGURAS	x
RESUMEN	xiii

CAPITULO 1

GENERALIDADES

1.1. INTRODUCCIÓN	2
1.2. ANTECEDENTES	3
1.3. JUSTIFICACIÓN	4
1.4. OBJETIVOS	5
1.4.1. Objetivos particulares	5
1.4.2. Objetivos generales	5
1.5. HIPÓTESIS	5
1.6. FUNDAMENTOS	6
1.6.1 Constitución de la materia	6
1.6.2 La radiactividad y conceptos básicos de las radiaciones	6
1.7. PRINCIPALES TIPOS DE RADIACIÓN	7

1.7.1 Radiación alfa (α)	8
1.7.2 Radiación beta negativo (β^-)	9
1.7.3 Radiación beta positivo (β^+)	10
1.7.4 Captura electrónica (CE)	11
1.7.5 Radiación electromagnética	12
1.7.5.1 Transición isomérica (TI)	12
1.7.5.2 Desintegración por conversión interna	13
1.7.6 Neutrones	13
1.7.6.1 Fuentes químicas	14
1.7.6.2 Aceleradores de partículas	14
1.7.6.3 Reactores nucleares	14
1.7.6.3.1 El reactor nuclear Triga Mark III	15
1.8 DECAIMIENTO RADIATIVO	17
1.8.1 Actividad	17
1.8.2 Ley exponencial de decaimiento radiactivo	18
1.8.3 Vida media de los radioisótopos	21
1.9 INTERACCIÓN DE LAS RADIACIÓN CON LA MATERIA	21
1.9.1 Interacción de las partículas pesadas con la materia	22
1.9.2 Interacción de las partículas β con la materia	22
1.9.3 Interacción de las radiaciones electromagnéticas	23
1.9.3.1 Efecto fotoeléctrico	23
1.9.3.2 Efecto Compton	24
1.9.3.3 Producción de pares	25
1.10 UNIDADES DE LA RADIACIÓN	26
1.11 CAMPOS DE APLICACIÓN DE LA RADIATIVIDAD	27
1.11.1 En la industria	27
1.11.2 En la medicina	28
1.11.3 En la agricultura	28

CAPITULO 2

FUNDAMENTOS

2.1 TÉCNICAS ANALÍTICAS EMPLEADAS	30
2.1.1 Difracción de rayos X (DRX)	30
2.1.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)	31
2.1.3 Espectrometría Gamma	31
2.2 ELEMENTOS DEL GRUPO VI: S, SE, TE Y PO	32
2.3 AZUFRE	32
2.3.1 Propiedades físicas del azufre	32
2.3.2 Propiedades químicas del azufre	34
2.4 FÓSFORO	36
2.4.1 Propiedades físicas del fósforo	36
2.4.2 Propiedades químicas del fósforo	36
2.5 FÓSFORO-32	38
2.5.1 En la industria	39
2.5.2 En la medicina	39
2.5.3 En la agricultura	40
2.6 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32 EN EL MUNDO	40
2.7 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32 EN MÉXICO	42

CAPITULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 MATERIALES Y EQUIPOS	45
3.1.1 Materiales	45
3.1.1.1 Preparación del azufre	45
3.1.1.2 Aplicación de técnicas analíticas	46
3.1.1.3 Irradiación del azufre	46
3.1.1.4 Destilación del fósforo	46
3.1.1.5 Control de calidad	47
3.1.1.5.1 Coeficiente de transmisión	47
3.1.1.5.2 Espectrometría Gamma	47
3.1.1.5.3 Prueba de pirógenos	48
3.1.2 Equipos	48
3.1.2.1 Preparación del azufre	48
3.1.2.2 Aplicación de técnicas analíticas	48
3.1.2.3 Irradiación del azufre	49
3.1.2.4 Destilación del fósforo	49
3.1.2.5 Control de calidad	49
3.1.2.5.1 Coeficiente de transmisión	49
3.1.2.5.2 Espectrometría Gamma	49
3.1.2.5.3 Prueba de pirógenos	49
3.2 PROCESO DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32	50
3.2.1 Procedimiento de operación del proceso	50
3.2.2 Inconvenientes del proceso	54
3.3 PROPUESTA DE PERFECCIONAMIENTO DEL PROCESO DE DESTILACIÓN	54
3.3.1 Procedimiento de operación propuesto	55
3.3.2 Modificaciones sustanciales al proceso de destilación actual	59

3.4 PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO CON EL PROCESO PERFEC-	
 CIONADO.	60
3.4.1 Preparación de la materia prima para la producción de ^{32}P	60
3.4.2 Técnicas analíticas aplicadas al azufre	63
3.4.2.1 Análisis del azufre por MEB	63
3.4.2.2 Análisis del azufre por Difracción de Rayos X	65
3.4.3 Cálculos de irradiación	66
3.4.4 Encapsulado del azufre	68
3.4.5 Irradiación del azufre en el reactor nuclear Triga Mark III	71
3.4.6 Transporte del blanco	72
3.4.7 Proceso de destilación del fósforo con el equipo propuesto	73
3.4.8 Control de calidad con el fósforo-32 obtenido	73
3.4.8.1 Análisis por Coeficiente de atenuación	73
3.4.8.2 Análisis por Espectrometría Gamma	77
3.4.8.3 Prueba de pirógenos	77

CAPITULO 4

ANÁLISIS Y RESULTADOS

4.1 ANÁLISIS DEL AZUFRE POR MEB EN ALTO	
 Y BAJO VACÍO	80
4.1.1 Análisis de la flor de azufre	80
4.1.1.1 MEB alto vacío	80
4.1.1.2 MEB bajo vacío	81
4.1.2 Análisis del azufre precipitado	82
4.1.2.1 MEB alto vacío	82
4.1.2.2 MEB bajo vacío	82
4.2 ANÁLISIS DEL AZUFRE PURIFICADO POR MEB Y DRX	83

4.2.1	Análisis de la flor de azufre	83
4.2.1.1	MEB alto vacío	83
4.2.1.2	MEB bajo vacío	84
4.2.2	Análisis del azufre precipitado	85
4.2.2.1	MEB alto vacío	85
4.2.2.2	MEB bajo vacío	86
4.3	ANÁLISIS DEL AZUFRE POR DRX	87
4.4	PRUEBAS DE DESTILACIÓN DEL FÓSFORO-32	88
4.5	CONTROL DE CALIDAD	93
4.5.1	Coeficiente de atenuación	93
4.5.2	Espectrometría Gamma	94
4.5.3	Prueba de pirógenos	98
	CONCLUSIONES	99
	RECOMENDACIONES	101
	BIBLIOGRAFÍA	103
	APENDICE	105

GLOSARIO

Actividad .-Fenómeno por el cual los núcleos atómicos emiten partículas subnucleares con masa y carga, o radiación electromagnética característica, sin masa ni carga, teniendo lugar un intercambio de energía al mismo tiempo.

Aniquilación.- Proceso por el cual las partículas β^+ o positrones son absorbidos por la materia y que consiste en la desaparición del positrón y el electrón orbital con el cual interacciona, para producir 2 rayos γ de 0.51 MeV cada uno.

Barn.- Unidad que mide la sección eficaz o probabilidad de ocurrencia de un evento determinado cuando núcleos característicos son bombardeados con iones, partículas subnucleares o radiación electromagnética de una energía determinada. El barn es equivalente a 10^{-24}cm^2 .

Becquerel.- Henri Becquerel fue descubridor de la radiactividad. Se designa con su nombre a una de las unidades útiles para medir la intensidad del fenómeno de la radiactividad. El Becquerel (Bq) corresponde a 1 desintegración por segundo (1 dps) o 60 desintegraciones por minuto (60 dpm) de núcleos presentes en cualquier material radiactivo. Su equivalencia con el curio es la siguiente $1\text{ Bq} = 2.7 \times 10^{-11}\text{Ci}$ (o sea que $1\text{ Ci} = 3.7 \times 10^{10}\text{ Bq}$).

Blindaje.- Cualquier material usado para absorber radiaciones nucleares a fin de que no lleguen en cantidades nocivas a individuos que se encuentren en la vecindad de materiales radiactivos.

Curie (o curio).- Pierre y Marie Curie fueron los descubridores del radio, primer elemento radiactivo descubierto en la naturaleza. Se designa con su nombre a una de las unidades útiles para medir la intensidad del fenómeno de la radiactividad. El curie o curio (Ci) corresponde con 3.7×10^{10} desintegraciones por segundo de núcleos presentes en cualquier material radiactivo.

Decaimiento radiactivo.- Fenómeno de degradación energética producido en los núcleos radiactivos al emitir partículas cargadas o radiación electromagnética, convirtiéndose en un isótopo de otro elemento en el primer caso o en otro isótopo del mismo elemento con diferente estado de energía en el segundo caso.

Endotoxina.- Son lipopolisacaridos y es la causa más común de reacciones tóxicas asociadas a la contaminación de productos farmacéuticos y artículos médicos.

Exposición.- Cantidad de carga eléctrica que la radiación electromagnética produce en una unidad de masa de aire.

Fisión.- División del núcleo atómico en 2 partes, desiguales en la mayoría de estos eventos, producida por el bombardeo de metales pesados con partículas como neutrones, protones, etc.

Núclido.- Una especie nuclear caracterizada por su número de masa y su número atómico.

Radiación Bremsstrahlung.- Radiación electromagnética producida cuando las partículas β^- cambian su trayectoria y pierden energía al pasar cerca de un núcleo de los átomos que atraviesan. También se produce este tipo de radiación cuando electrones acelerados pierden energía al atravesar una capa de materia.

Rayos X.- Radiación electromagnética emitida por el átomo y originada cuando un electrón orbital pasa de una orbita a otra reduciendo su energía.

Rayos γ .- Emisiones nucleares sin masa ni carga, constituidas por pura radiación electromagnética. Los núcleos que emiten rayos γ , permanecen con igual masa y carga, pero pierden energía y por tanto descienden en su nivel energético, pasando a menudo de un estado metaestable a otro estable, proceso conocido como transición isomérica.

Reacción nuclear.- Proceso por el cual un núcleo interacciona con otro núcleo, una partícula subnuclear o un rayo γ , para producir un núcleo compuesto que dura un tiempo del orden de 10^{-14} de segundo, antes de emitir una radiación y quedar convertido en otro núcleo producto de la reacción, el cual en gran número de casos resulta radiactivo.

Reactor nuclear.- Instrumento que mantiene la fisión nuclear de metales pesados (U ó Pu) por reacciones en cadena, con la consecuente emisión de calor y neutrones. Se conoce también como pila atómica.

Sección eficaz.- Probabilidad de que cierto evento ocurra entre un número atómico de características determinadas al ser bombardeado con partículas o rayos γ de una energía dada. La unidad utilizada para medir la sección eficaz es el barn.

SIFCA .- Sistema fijo de irradiación.

RELACIÓN DE TABLAS

	Pág.
1.1 Partículas subatómicas	7
1.2 Clasificación de los neutrones por su energía cinética	14
1.3 Unidades de actividad	27
2.1 Núclidos del elemento S	33
2.2 Propiedades físicas y químicas del azufre	35
2.3 Propiedades físicas y químicas del fósforo	37
2.4 Núclidos del fósforo	38
2.5 Características físicas del fósforo-32	38
2.6 Blindaje para ^{32}P	39
2.7 Reacciones nucleares del $\text{S}\alpha$	43
3.1 Notaciones correspondientes a la figura 8	52
3.2 Notaciones correspondientes a la figura 9	57
3.3 Parámetros de irradiación	71
3.4 Exposición de la muestra	72
4.1 Análisis químico de la flor de azufre	80
4.2 Análisis químico de la flor de azufre en MEB bajo vacío	81
4.3 Análisis químico del azufre precipitado	82
4.4 Análisis químico de azufre precipitado en MEB bajo vacío	83
4.5 Parámetros experimentales de irradiación	89
4.6 Análisis del coeficiente de transmisión	93
4.7 Cuantificación de los pirógenos	98

RELACIÓN DE FIGURAS

	Pág.
1.1 Disposición de los elementos del núcleo del reactor.	16
1.2 Núcleo del reactor.	17
1.3 Decaimiento Radiactivo Exponencial.	18
1.4 Efecto Fotoeléctrico.	25
1.5 Efecto Compton.	26
1.6 Producción de pares.	27
3.1 Caja de guantes actual.	52
3.2 Sistema de destilación de fósforo-32.	53
3.3 Sistema modificado para la obtención de fósforo-32.	58
3.4 Cristalización del azufre para obtener S- α .	62
3.5 Porta muestra para MEB bajo vacío con una muestra de ^{32}S .	63
3.6 Microscopio Electrónico de Barrido para alto vacío.	64
3.7 Microscopio Electrónico de Barrido para bajo vacío.	65
3.8 Actividad teórica del ^{32}P derivado del azufre comercial 2.	67
3.9 Tiempo óptimo de irradiación para ^{32}P .	68
3.10 Cápsula de Aluminio para Irradiación.	69
3.11 Solicitud de irradiación.	70
3.12 Reactor nuclear Triga Mark III	71
3.13 Carro de transporte y contenedor de plomo.	72
3.14 Cámara de ionización.	74
3.15 Determinación del coeficiente de transmisión.	76
4.1 Micrografía de la flor de azufre en alto vacío.	81
4.2 Micrografía de la flor de azufre en bajo vacío.	81
4.3 Micrografía del azufre precipitado en alto vacío.	82
4.4 Micrografía del azufre precipitado en bajo vacío.	83
4.5 Flor de azufre cristalizado.	84
4.6 Flor de azufre cristalizado en alto vacío.	84
4.7 Cristales de flor de azufre en bajo vacío.	85

4.8	Flor de azufre cristalizado.	85
4.9	Espectro de cristales de azufre precipitado.	86
4.10	Cristales de azufre precipitado.	86
4.11	Espectro de cristales de azufre precipitado.	87
4.12	Cristales de azufre precipitado.	87
4.13	Espectro de rayos X para el azufre.	88
4.14	Caja de guantes después de la destilación	90
4.15	Decaimiento del ^{32}P proveniente del azufre precipitado.	92
4.16	Decaimiento del ^{32}P proveniente de la flor de azufre.	92
4.17	Reporte de la muestra de ^{32}P .	95
4.18	Espectro de fondo.	96
4.19	Espectro de ^{32}P .	97

PERFECCIONAMIENTO DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DEL FÓSFORO-32 DEL ININ, MEDIANTE LA APLICACIÓN DE TÉCNICAS ANALÍTICAS NUCLEARES.**RESUMEN**

El fósforo-32 es un radioisótopo emisor β^- puro de energía máxima de 1.71 MeV con una vida media de 14.28 días y que tiene aplicaciones en la industria, agricultura medicina y biología. El ^{32}P , se produce mediante dos reacciones nucleares $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$ y $^{31}\text{P}(n,\gamma)^{32}\text{P}$; por la facilidad de manejo del azufre, su bajo costo y su rápida adquisición en el mercado se selecciono la reacción $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$. Para producir ^{32}P , es necesario preparar y caracterizar el blanco (S- α) que se obtiene de la purificación de la materia prima, efectuar los cálculos matemáticos de irradiación, la irradiación del blanco en el reactor nuclear Triga Mark III, separación radioquímica del ^{32}S de ^{32}P mediante un método de destilación seca y la hidrólisis del ^{32}P con HCl diluido para obtener $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ y finalmente el control de calidad. Para realizar la separación radioquímica fue necesario hacer modificaciones previas al proceso para garantizar la calidad del producto (^{32}P), y la seguridad del operador.

SUMMARY

The phosphorus-32, is radioisótopo emitting pure β^- , of maximum energy 1.71 MeV with an average life of 14.28 days, and that has applications in the industry, agriculture medicine and biology. The ^{32}P , produced by means of two nuclear reactions $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$ and $^{31}\text{P}(n,\gamma)^{32}\text{P}$; by the facility of handling of sulfur, his low cost and its fast acquisition in the market. I selected the reaction $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$. To produce ^{32}P it is necessary to prepare and to characterize the target (S- α) that is obtained from the purification of the raw material, made the mathematical calculations of irradiation, irradiation of the target in the nuclear reactor Triga Mark III, radiochemistry separation of ^{32}P of ^{32}S by of a dry distillation method and and hydrolysis of ^{32}P with diluted HCl obtaining $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ and finally quality control. In the order to make the radiochemistry separation it was necessary to make previous modifications to the process guarantee the quality of product (^{32}P), and security of the operator.

CAPITULO 1

GENERALIDADES

1.1 INTRODUCCIÓN

En el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares se encuentra la planta de producción de radioisótopos que produce y desarrolla nuevos radionúclidos que cubren las necesidades nacionales y que garantizan la calidad del producto ya que se trabaja bajo las normas ISO-9001-2000.

El fósforo-32 es un radionúclido que tiene aplicaciones en la medicina, industria y en la agricultura y se produce mediante 2 reacciones nucleares, $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$ y $^{31}\text{P}(n,\gamma)^{32}\text{P}$. Este trabajo se refiere a la producción de ^{32}P mediante la reacción $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$, debido a que el azufre es fácil adquisición, relativamente económico y de viable manipulación además de que se obtienen experimentalmente actividades altas para los objetivos perseguidos.

El fósforo-32 es un radioisótopo emisor β^- puro de energía máxima y media de 1.71 MeV y 0.6 MeV respectivamente, con vida media de 14.28 días, decae a azufre-32 (S^{32}) y tiene aplicaciones como radiotrazador en la industria, en agricultura, medicina y biología.^{2,4}.

Debido a la importancia del ^{32}P dentro de mercados nacionales e internacionales resulta prioritario producirlo. Para obtener ^{32}P con las normas de la FARMACOPEA la investigación se llevo acabo desde la materia prima, para determinar su morfología, contaminantes y cantidades puesto que al irradiar el azufre en el reactor nuclear podríamos producir radioisótopos indeseables y que impedirían su aplicación, separación radioquímica y la caracterización final.

1.2 ANTECEDENTES

En diversos países del mundo, a través de la historia se ha observado la necesidad de generar nuevos radionuclidos que hagan más fácil la vida del hombre; para lo cual se ha experimentado hasta encontrar las aplicaciones de los mismos. En este proceso evolutivo, México se ha incorporado a la investigación científica por medio del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), que cuenta con el Reactor Nuclear Triga Mark III y modernas instalaciones que permiten generar desde materiales nucleares y radiactivos hasta su distribución en el sector industrial, salud y agropecuario, etc.

En un principio, en el ININ se planteo obtener ^{32}P , en los primeros experimentos se obtenía a nivel de trazas ya que se irradiaban cantidades pequeñas de azufre pero no se comprobó que realmente se obtenía el radioisótopo; posteriormente se retomo este proceso que consistió en la purificación de la materia prima, la irradiación y la separación del material obtenido (^{32}P) del material irradiado (^{32}S), en esta etapa se trabajó con material improvisado por lo que no llegó a culminar en un producto deseable.

Hasta el año 2003 se produjo un prototipo para la obtención de ^{32}P , que exitosamente obtuvo el radiofármaco, aún cuando el equipo tenía diversas limitaciones, por las limitaciones sugiere que la eficiencia del proceso fue muy baja. Posteriormente, se diseñó un proceso inspirada en el equipo anterior que contiene un sistema para la inyección y extracción a través de una bomba de vacío, un controlador de temperatura y el equipo de vidrio perfectamente acoplado. Después de haber irradiado azufre la separación se llevo acabo donde afinadamente se obtuvo ^{32}P , lo que permitió realizar otras investigaciones y con ello corroborar que efectivamente se trataba del radioisótopo de interés.

1.3 JUSTIFICACION

En el Departamento de Materiales Radiactivos del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), se encuentra la planta de producción de radioisótopos. Actualmente se desarrolla el proceso de obtención de fósforo-32 por destilación seca, y para poder comercializarlo, es necesario llevar a cabo un estudio del azufre de diferentes marcas (materia prima que se utiliza para la producción de fósforo-32), con el propósito de seleccionar la mejor marca comercial.

El estudio está basado en la aplicación de diferentes técnicas analíticas, como Microscopia Electrónica de Barrido en alto y bajo vacío (MEB), Difracción de Rayos X (DRX), etc. Con la aplicación de estas técnicas se determinarán las impurezas cualitativa y cuantitativamente, el tamaño de grano entre otras características.

Posteriormente, se aplica un control de calidad al producto, $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ para verificar que no tienen efectos nocivos sobre la salud, para ello se aplica la técnica de Espectrometría Gamma y prueba de pirógenos. Cabe señalar que el ^{32}P , se aplica en la preparación de fertilizantes e insecticidas, en la medicina e industria, como radiotrazador para el marcaje de moléculas entre otras.

1.4 OBJETIVOS

1.4.1 OBJETIVOS PARTICULARES.

- Seleccionar la mejor marca de azufre como materia prima para la producción de fósforo-32.
- Llevar acabo la irradiación en el reactor nuclear el azufre comercial para la obtención de fósforo-32.

1.4.2 OBJETIVOS GENERALES.

- Lograr el perfeccionamiento del proceso de obtención de fósforo-32 en base al estudio de diseño y construcción de componentes mecánicos del proceso que puedan garantizar el mejor funcionamiento del proceso de obtención de fósforo-32 con la mejores características fisicoquímicas que de el existen.
- Lograr el perfeccionamiento del proceso de obtención de fósforo-32 en base a la aplicación de técnicas analíticas nucleares tanto a la materia prima como al producto.
- Lograr la producción de fósforo-32 con la calidad necesaria para ser aplicado en la industria, agricultura y en la medicina.
- Contribuir en el desarrollo de la producción de radioisótopos en México.

1.5 HIPOTESIS

Mediante este trabajo se pretende desarrollar un método de purificación para la obtención de S- α (azufre- α), que sirve como materia prima para la obtención de fósforo-32 (P^{32}), mediante modificaciones al diseño mecánico de componentes en el proceso donde se lleva acabo la separación radioquímica y se espera obtener un grado mayor de pureza de ^{32}P .

1.6 FUNDAMENTOS.

1.6.1 Constitución de la materia.

De acuerdo con la teoría atómica, las moléculas químicas están formadas por la combinación de átomos, los cuales a su vez, están constituidos por un núcleo de carga eléctrica positiva rodeado por una nube de electrones (negatrones), con carga eléctrica total de igual magnitud que la del núcleo, pero de signo opuesto. Cada negatrón tiene una carga eléctrica negativa (-) y una masa muy pequeña.⁽¹⁾

1.6.2 La radiactividad y conceptos básicos de las radiaciones.

La radiación nuclear esta constituida por partículas de carga eléctrica y de masas variables o por ondas electromagnéticas características sin masa ni carga, emitidas desde un núcleo inestable del átomo. Durante la emisión se da un intercambio de energía en el núcleo emisor, perdiendo éste masa o pura energía y convirtiéndose en un núcleo de otro elemento, o sin convertirse pero adoptando otro estado de energía.

Al proceso de emisión de la radiación nuclear se le conoce como decaimiento radiactivo del núcleo inestable, este proceso es espontáneo, al azar e independiente de factores externos y del estado químico y condiciones físicas de los átomos. A los átomos que presentan este fenómeno se les llama radionuclidos o radioisótopos. En la tabla 1.1 se muestran las características principales de las partículas atómicas en unidades de masa atómica (uma). Una uma equivale a $1.66043 \times 10^{-24} \text{g} = 1/12$ masa del átomo de carbono⁽²⁾.

Partícula	Masa (uma)	Carga (C)
Protón (p^+)	1.007277	1.6×10^{-19}
Electrón (e^-)	0.000549	1.6×10^{-19}
Neutrón (n)	1.008665	0

Tabla 1.1 Partículas Subatómicas.

Cuando nos referimos a núcleo con un número específico de protones y neutrones, estamos hablando de un núclido. Para identificar un núclido utilizaremos la siguiente notación:

$${}^A_Z E \quad (1)$$

Donde E representa el símbolo químico del elemento, al cual pertenece el núclido, Z es el número de protones o número atómico y A es el número de masa⁽³⁾.

1.7 PRINCIPALES TIPOS DE RADIACIÓN.

Para que exista estabilidad en un núcleo se debe tener equilibrio energético que depende de los niveles de energía en los que se encuentran las partículas que lo constituyen, o sea, bajo ciertas condiciones estructurales. Cuando no existe este equilibrio el núcleo es inestable y tiende a lograr de forma espontánea su estabilidad por medio de algún mecanismo. Generalmente emite algún tipo de radiación durante el proceso y se dice que el núcleo es radiactivo.

La radiactividad se refiere a los procesos de desintegración espontánea de los núcleos de forma gradual o transiciones de energía hasta alcanzar el estado estable. A este fenómeno se le conoce como decaimiento radiactivo.^(2,3)

1.7.1 Radiación alfa (α)

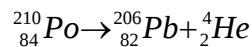
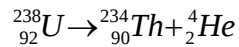
La radiación alfa consiste en la emisión de una partícula alfa, y esta constituida por dos neutrones y dos protones formando un núcleo de ${}^4\text{He}$ con carga eléctrica positiva igual al doble de la del protón.

Los radionuclidos emisores de partículas alfa son en general núcleos relativamente pesados. Es decir, todos los emisores alfa tienen números atómicos iguales o superiores al del plomo (${}^{82}\text{Pb}$).

El núcleo que emite una partícula alfa pierde 4 nucleones, 2 de ellos protones, por lo que se convierte en un núclido de otro elemento diferente y cuyo esquema de reacción es el siguiente:



Como ejemplos de radiación alfa, citaremos:



Los emisores alfa emiten partículas con energías cinéticas de 4 y 5.5 MeV. El alcance de estas partículas en el aire no sobrepasan los 5 cm; se necesitan partículas alfa con una energía de 7.5 MeV para penetrar la epidermis.

Los emisores alfas no plantean por lo general, ningún peligro de radiación externa. Solo son peligrosos si se captan al interior del cuerpo. ^(1,2,3)

1.7.2 Radiación beta negativo (β^-).

Corresponde a la emisión de partículas beta negativas (β^-) idénticas en carga eléctrica y masa en reposo al electrón. Son expulsadas del núcleo a altas velocidades cercanas a la de la luz. Se produce cuando un neutrón en el núcleo se convierte en un protón y en un electrón que es expulsado de acuerdo con la siguiente reacción:



Donde:

n : Neutrón que se descompone

β^- : Partícula beta emitida.

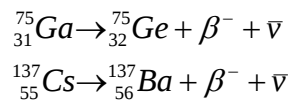
p^+ : Protón que permanece en el núcleo.

$\bar{\nu}$: Antineutrino emitido.

Este decaimiento se presenta en aquellos núcleos que tienen exceso de neutrones en comparación con el número de protones. Como aparece un protón, el núcleo original se transforma en el núcleo de otro elemento de acuerdo con la reacción siguiente:



Como ejemplo de desintegración beta, tenemos:



1.7.3 Radiación beta positivo (β^+)

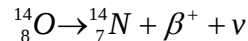
La radiación β^+ es una partícula llamada positrón idéntica al electrón pero con carga eléctrica positiva. Este modo de decaimiento se presenta en núclidos que tienen un exceso de protones comparado con el número de neutrones. En estos núclidos el protón se descompone de acuerdo con la siguiente reacción nuclear:



El núcleo conserva el número de nucleones, pero como se pierde un positrón y se gana un neutrón en la transformación, se convierte en un núclido de otro elemento diferente, como se observa, en la siguiente reacción:



Como ejemplo tenemos el siguiente decaimiento:



Las energías beta máximas típicas oscilan desde 18.6 KeV para el tritio (${}^3\text{H}$) a 1.71 MeV para el fósforo-32 (${}^{32}\text{P}$).

El alcance de las partículas beta en el aire es de unos 3.65 m por MeV de energía cinética. Se necesitan partículas beta de 70 KeV de energía como mínimo para atravesar la epidermis.⁽³⁾

1.7.4 Captura electrónica (CE)

En los núcleos inestables con defecto de neutrones existe la probabilidad de que el núcleo capture un electrón de una de las capas que lo rodean para transformar uno de sus protones en un neutrón, según la reacción:

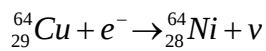
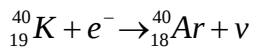


El núcleo se convierte en un núcleo hijo cuyo número atómico es una unidad menor que el de aquel. Por su proximidad al núcleo el electrón capturado suele pertenecer a la capa K. El hueco que en su orbita ha dejado, tiende a ser llenado por un electrón de capas superiores, emitiéndose durante la transición un rayo X característico.⁽¹⁾

El esquema de desintegración es el siguiente:



Ejemplos:



1.7.5 Radiación electromagnética.

Entendemos por radiación electromagnética una forma de energía que comprende las ondas de radio, radiación ultravioleta, los rayos X, los rayos gamma, etc. Que se diferencian entre si, por su energía y sus longitudes de onda. Se manifiesta por variaciones periódicas en los campos eléctricos y magnéticos. El número η de las variaciones periódicas de los campos por unidad de tiempo, recibe el nombre de frecuencia y viene expresada por la siguiente relación:⁽¹⁾

$$\eta = \frac{c}{\lambda} \quad (9)$$

η . Frecuencia

c . Velocidad con que las radiaciones electromagnéticas se transmiten en el vacío.

λ . Longitud de onda.

1.7.5.1 Transición isomérica (TI).

Es el proceso por el cual un núclido emite un rayo gamma, permaneciendo con el mismo número atómico y de masa, pero en un nivel menor de energía. El núclido tiende a la estabilidad valiéndose de un reacomodo de partículas subnucleares cambiando así su nivel de energía. Los núcleos que se encuentran en nivel excitado, necesitan emitir energía en forma de energía gamma para alcanzar su estabilidad.⁽²⁾

1.7.5.2 Desintegración por conversión interna.

Ya sea un rayo X o un rayo gamma puede interaccionar con un electrón orbital comunicándole su energía y lanzándolo del átomo con lo cual se emite un electrón en vez de una radiación electromagnética. Este evento puede tener lugar entre un rayo X y cualquier electrón orbital o entre un rayo gamma y usualmente un electrón de la capa K ó L. Los electrones lanzados de esta manera reciben el nombre de electrones Auger o electrones por conversión.⁽²⁾

1.7.6 Neutrones.

El neutrón n , es una partícula fundamental con un número de masa A, de 1 y no cambia, (ecuación 1). Los neutrones se clasifican, por su energía como se ilustra en la tabla 1.2. Existen varios modos posibles de interacción del neutrón con la materia, pero las 2 formas principales son la dispersión elástica y la captura de neutrones.

La dispersión elástica se produce cuando un neutrón interactúa con un núcleo y rebota con menos energía. El núcleo con el que ha chocado capta la energía cinética que el neutrón pierde. Después de ser excitado de este modo, el núcleo libera pronto esa energía en forma de radiación gamma. Si el neutrón llega a alcanzar energías térmicas (llamadas así por que el neutrón esta en equilibrio térmico con su entorno) es capturado fácilmente por la mayoría de los núcleos. Al no tener carga, los neutrones no son repelidos por los núcleos con cargas positivas como ocurre a los protones.^(9,10)

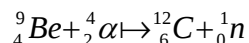
Neutrones	Escala energética
Lentos o térmicos	0 - 0.1 KeV
Intermedios	0.1 - 20 Kev
Rápidos	20 KeV - 10MeV
De alta energía	>10 MeV

Tabla 1.2 Clasificación de los neutrones por su energía cinética.

1.7.6.1 Fuentes químicas.

La radiación emitida por un radionúclido interactúa con el núcleo de un blanco desarrollándose una reacción nuclear para producir neutrones. Otras fuentes de neutrones, producen rayos gamma y neutrones.

Una mezcla extensamente usada es la de ^{241}Am con Berilio. El americio genera partículas alfa que reaccionan con el berilio como blanco y produce neutrones, (α , n), de acuerdo con el siguiente ejemplo:



1.7.6.2 Aceleradores de partículas.

Los aceleradores son maquinas que usan campos eléctricos y/o magnéticos para acelerar partículas cargadas a altas energías. Las partículas cargadas actúan directamente sobre el material blanco, en el cual se producen las reacciones para generar neutrones. Casi siempre, las mismas partículas cargadas son el producto final deseado pero

también pueden generarse rayos gamma de alta energía o *Bremsstrahlung*. En física nuclear los grandes aceleradores son usados para producir partículas de alta energía y usualmente neutrones monoenergéticos con energías de decenas o centenas de mega-electronvolts. Esta es la única manera de obtener neutrones de alta energía. En un proceso típico, los deuterones son acelerados dentro de un blanco, donde una reacción de excitación toma lugar, en la cual es removido un protón produciendo un neutrón.

1.7.6.3 Reactores Nucleares.

Un reactor nuclear esta basado en el proceso de fisión nuclear, bajo una reacción de fisión neutrón-inducida. Un neutrón es capturado por un material fisible, como ${}_{92}^{235}\text{U}$, el cual experimenta la fisión, produciendo el rompimiento en dos núclidos iguales, tales como: ${}_{38}^{94}\text{Sr}$ y ${}_{54}^{138}\text{Xe}$ más unos cuantos neutrones y una gran cantidad de energía.

Los neutrones generados inducen fisiones posteriores, produciéndose una reacción en cadena. El proceso de fisión desemboca en la emisión de neutrones rápidos que fácilmente son frenados a energías moderadas o térmicas.

En general, los reactores pueden ser usados como fuentes de neutrones rápidos con energías alrededor de 18 MeV pero no son monoenergéticos como en el caso de un acelerador.

Consecuentemente, los reactores son más usados como fuentes de neutrones térmicos, produciéndose en grandes cantidades comparadas con otras fuentes de neutrones y con flujos del orden de $10^{14} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$

comparados con las fuentes químicas y los aceleradores, los reactores son fuentes de alta intensidad de neutrones térmicos.⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾

1.7.6.3.1 El reactor Nuclear Triga Mark III del Centro Nuclear de México (ININ).

El reactor que esta instalado en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ), es un TRIGA MARK III, fabricado por la General Atomic de Estados Unidos.

Las características principales de este reactor son su versatilidad y seguridad intrínseca. Clasificándolo en forma general, es un reactor de investigación tipo alberca con núcleo móvil enfriado por agua. Como combustible utiliza U-ZrH (una mezcla de hidruro de circonio con uranio). Su potencia máxima a nivel estable es de 1000 KW. En el núcleo del reactor se alcanzan flujos de neutrones de 3×10^{13} n/cm²-s.

La alberca del reactor esta formada por una gran tina de aluminio que sirva como recipiente para el agua. Esta tina se encuentra rodeada por un blindaje de 2 m de espesor de concreto y tiene una altura casi de 8 metros.

El núcleo del reactor es un cilindro en el que se encuentran acomodados los elementos moderador-combustible, las barras de control, y una fuente de neutrones americio-berilio. Una ventaja mas es que el núcleo puede ser visto directamente a través del agua que sirve de blindaje, lo que no presenta peligro alguno para el observador, aun cuando el reactor opere a su máxima potencia. En las figuras 1.1 y 1.2 se muestran los esquemas del núcleo del reactor.⁽¹⁴⁾

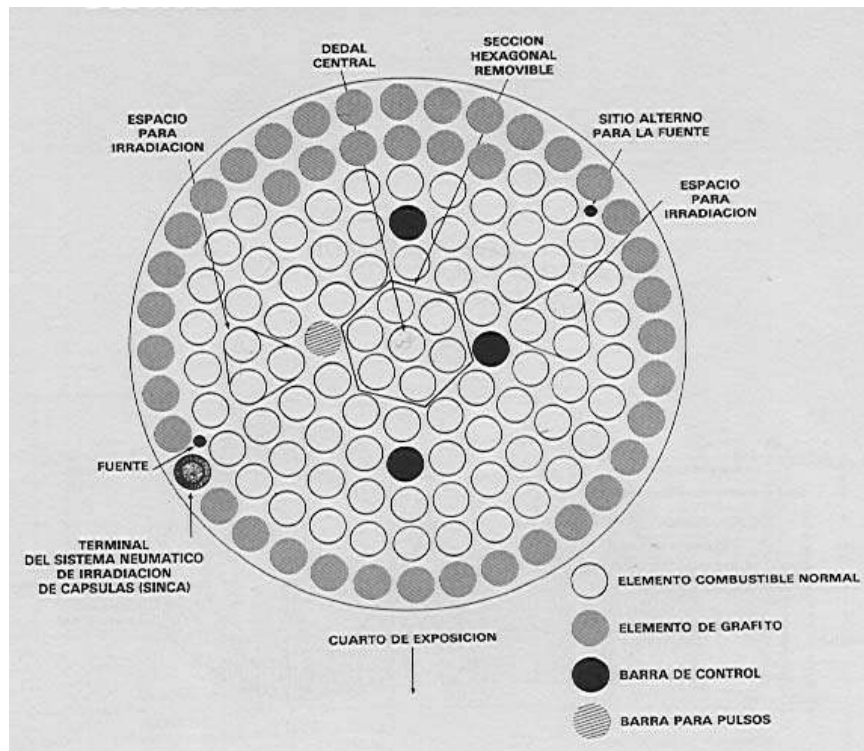


Figura 1.1 Disposición de los elementos del núcleo del reactor Triga Mark III.

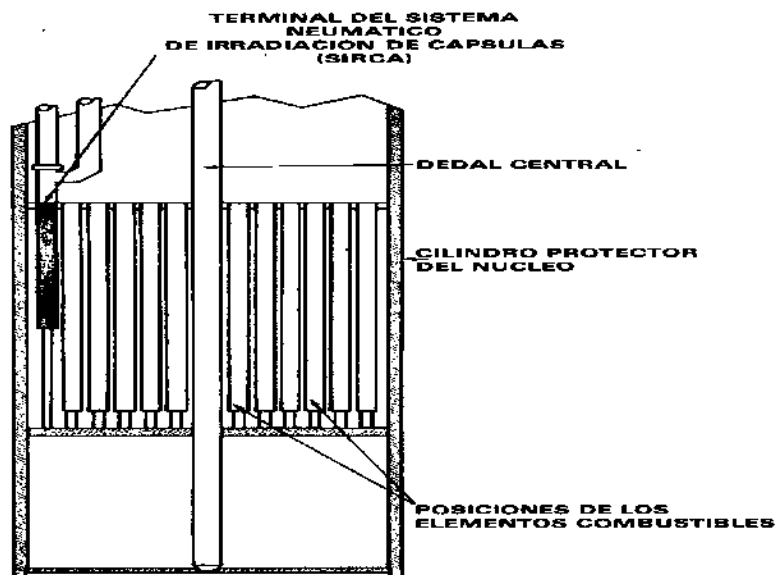


Figura 1.2 Núcleo del reactor.

1.8 DECAIMIENTO RADIOACTIVO

1.8.1 Actividad

Es la rapidez de desintegración de los núcleos de una muestra de material radiactivo. Para obtener una definición matemática de la actividad, consideramos que una muestra de material radiactivo existe un número N , de núcleos que están desintegrándose de tal manera que N , disminuye en el transcurso del tiempo. Denotaremos a la letra A con la actividad y con t al tiempo, en esta forma la actividad de la muestra esta dada por la ecuación:⁽⁴⁾

$$A = -\frac{dN}{dt} \quad (10)$$

La actividad es la derivada de N , respecto a t ; esto se debe entender como una velocidad de desintegración donde el signo negativo indica que el número de núcleos N va disminuyendo con el transcurso del tiempo.

1.8.2 Ley exponencial de decaimiento radiactivo.

Dado que la actividad de una muestra es proporcional al número de núcleos radiactivos, entonces disminuirá también con el transcurso del tiempo. Experimentalmente se encuentra que esto sucede así al medir la actividad de la muestra a intervalos de tiempos iguales y sucesivos.

El intervalo de tiempo necesario para que la actividad se reduzca en una cierta proporción depende del radionúclido y es una característica del mismo.

El intervalo de tiempo más útil se llama vida media, ($T_{1/2}$) la cual es el tiempo necesario para que la actividad se reduzca a la mitad de su valor inicial. La figura 1.3 muestra gráficamente el decaimiento exponencial de la actividad con respecto al tiempo.

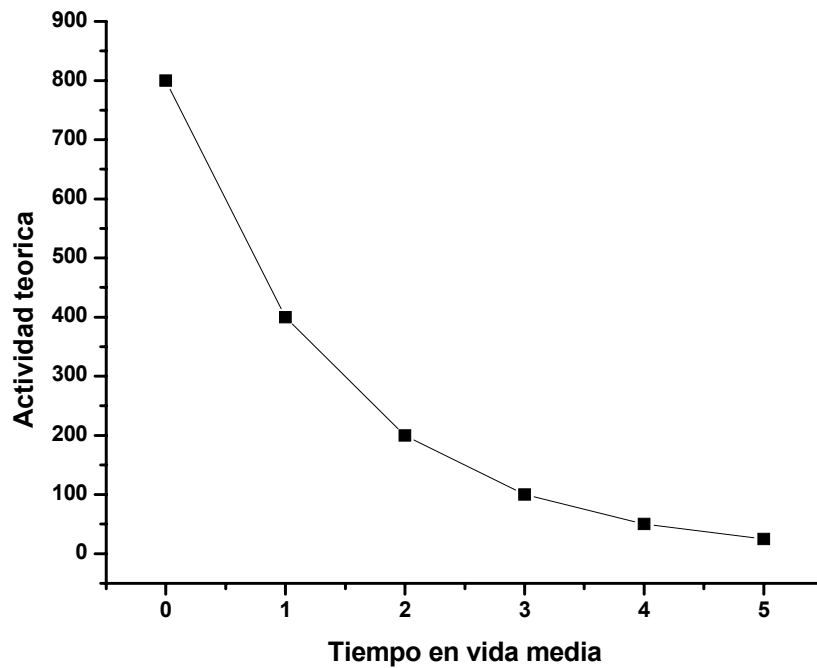


Figura 1.3 Decaimiento Radiactivo Exponencial.

La expresión matemática de la ley exponencial de decaimiento radiactivo, se puede deducir partiendo del hecho que la actividad de una muestra radiactiva, es directamente proporcional al número de radionúclidos contenidos en la misma, es decir: ⁽²⁾

$$A = \lambda N \quad (11)$$

De donde:

λ . Constante de decaimiento y corresponde a la fracción de radionúclidos presentes en la muestra en cualquier instante. Esta constante es característica de cada radionúclido y se ve afectado por el estado químico o físico de la muestra.

Combinando las ecuaciones (10) y (11) obtenemos la ecuación:

$$\frac{dN}{dt} = -\lambda N \quad (12)$$

La cual podemos reacomodar de la siguiente forma:

$$\frac{dN}{N} = -\lambda \cdot dt \quad (13)$$

Al integrar esta última ecuación se obtiene la ecuación de la ley exponencial del decaimiento radiactivo en la forma:

$$\ln(N) = -\lambda t + k$$

Si $t=0$ y $\ln(N_0) = k$ entonces:

$$\ln(N) = -\lambda t + \ln(N_0) \quad (14)$$

De donde N y t son variables, mientras que N_0 y λ son constantes.

La ecuación (14) corresponde a la línea recta cuya pendiente es $-\lambda$.

Reacomodando la ecuación (14), tenemos:

$$\ln\left(\frac{N}{N_0}\right) = -\lambda \cdot t \quad (15)$$

Aplicando antilogaritmo, y despejando resulta que:

$$N = N_0 e^{-\lambda \cdot t} \quad (16)$$

Retomando la ecuación (13), tenemos:

$$A = \frac{dN}{dt} = -\lambda N$$

$$A_o = \frac{dN_o}{dt} = -\lambda N_o$$

$$\frac{A}{A_o} = \frac{dN}{dN_o} = \frac{N}{N_o}$$

$$\text{Pero } \frac{N}{N_o} = \exp(-\lambda \bullet t)$$

Por lo tanto:

$$\frac{A}{A_o} = \exp(-\lambda \bullet t)$$

Reacomodando la ecuación anterior, tenemos:

$$A = A_o e^{-\lambda \bullet t} \quad (17)$$

1.8.3 Vida media de radioisótopos.

Es el tiempo que tarda cualquier actividad inicial de un radioisótopo particular para reducirse a la mitad, a esto se le denominada vida media, se denota $t_{1/2}$ y se calcula de la forma siguiente:⁽²⁾

$$\frac{N}{N_o} = \frac{1}{2} = e^{-\lambda \bullet t_{1/2}}$$

$$\ln 1 - \ln 2 = -\lambda \bullet t_{1/2}$$

$$0 - 0.693 = -\lambda \bullet t_{1/2}$$

$$t_{1/2} = \frac{0.693}{\lambda} \quad (18)$$

1.9 INTERACCIÓN DE LA RADIACIÓN CON LA MATERIA

La materia y la radiación interactúan entre si debido a la acción de tres fuerzas fundamentales, que son la gravitacional, la electromagnética y la nuclear, las cuales se deben a su vez a propiedades intrínsecas de la materia, tales como la masa, la carga eléctrica y la energía, etc. Las fuerzas gravitacionales se deben a la atracción que existe entre las masas y su intensidad depende de la distancia entre los cuerpos y la magnitud de sus masas.

Las fuerzas eléctricas son aquellas que se producen entre partículas con carga eléctrica y su intensidad depende de la distancia entre estas y la magnitud de sus cargas.

Al igual que las eléctricas, las fuerzas magnéticas dependen de la intensidad de la carga y la distancia, pero éstas además dependen de la velocidad relativa entre las partículas. En el caso de las fuerzas nucleares aún no se sabe exactamente cual es la propiedad de la materia que las determina. En la materia existen diversos tipos de radiación con diferentes propiedades y características, por tal razón para comprender las distintas interacciones y reacciones que se presentan es necesario saber en cada una de estas cual es el tipo de radiación incidente y sus propiedades fundamentales.

En general la radiación se puede dividir en dos grupos: la ionizante y no ionizante. La radiación ionizante es aquella que se compone de partículas con carga eléctrica, tales como las alfas, betas, protones, deuterones o iones pesados. Dentro de la radiación no ionizante se encuentra a la electromagnética, neutrones, neutrinos y partículas sin carga eléctrica.⁽⁶⁾

Cuando la radiación incide sobre un electrón, atraviesa una cantidad de energía que es transferida al electrón; el cual, es disparado del átomo en forma de ión negativo. El átomo permanece como ión positivo y así es originado un par de iones o par iónico.⁽³⁾

1.9.1 Interacción de las partículas pesadas (α) con la materia.

Debido al hecho de que las partículas α consisten en la asociación de 2 protones y 2 neutrones, resulta extremadamente pesada y grande en relación a los otros tipos de radiación nuclear. Por lo tanto, cuando una partícula α incide sobre un electrón, lo despiden fuera del átomo sin que su trayectoria sea modificada.⁽²⁾ Su trayectoria es muy corta. La energía de todas las partículas α de un radionúclido determinado es igual. El efecto que causan las partículas α es el de ionizar el medio que atraviesan al desprender electrones de los átomos circundantes por la fuerza de atracción entre las partículas α (con carga $2+$), y los electrones (con carga $1-$), pues poseen cargas opuestas, dejando al átomo cargado positivamente.⁽³⁾

1.9.2 Interacción de las partículas β con la materia.

La masa de las partículas beta (electrones negativos) es muy pequeña, por lo tanto, su movilidad es mayor respecto de las partículas alfa. Durante su recorrido cambia fácilmente de trayectoria y su alcance y poder de penetración es mayor. Además, su poder de ionización es inferior, respecto de la partícula alfa. Si una partícula beta se acerca a un núcleo atómico, desvía su trayectoria y pierde parte de su energía (se "frena"). La energía que ha perdido se transforma en Rayos X. Este proceso recibe el nombre de "Radiación de Frenado" (Bremsstrahlung). Otra interesante reacción ocurre cuando una partícula beta colisiona con un positrón (electrón positivo). En este proceso, ambas partículas se aniquilan y desaparecen, liberando energía en forma de (2) rayos gamma.^(9,10)

1.9.3 Interacción de las radiaciones electromagnéticas.

Los rayos gamma emitidos por el núcleo, cuando este se encuentra en un estado de excitación y decae a un nivel de inferior energía. La emisión de rayos X tiene lugar cuando ocurre una transición entre un estado de excitación del átomo a otro de inferior energía, por el cambio de un electrón a una órbita interior.

El modo de interacción de los rayos X y γ con la materia es el mismo en esencia, difiriendo solamente en la cantidad de energía que disipan en el material al ser absorbidos. Los tres mecanismos de interacción de la radiación electromagnética con la materia son: Efecto fotoeléctrico, efecto Compton y producción de pares.^(9,10)

1.9.3.1 Efecto fotoeléctrico.

Para la radiación de baja energía, este es el efecto de mayor importancia, aunque también ocurre con radiación de alta energía. Ocurre cuando un fotón interactúa con un átomo y la energía de este es absorbida por un electrón, el cual pasa a un estado excitado o bien sale de la atracción del átomo (Figura 1.4).

Este proceso solo puede ocurrir cuando la energía del fotón es igual o mayor a la energía de amarre del electrón, sin embargo, cuando la energía de la radiación es aproximadamente mayor de 1MeV (depende del material con el que interactúa) este efecto no ocurre pues ya no se satisfacen las condiciones de conservación de energía y momento.⁽⁸⁾

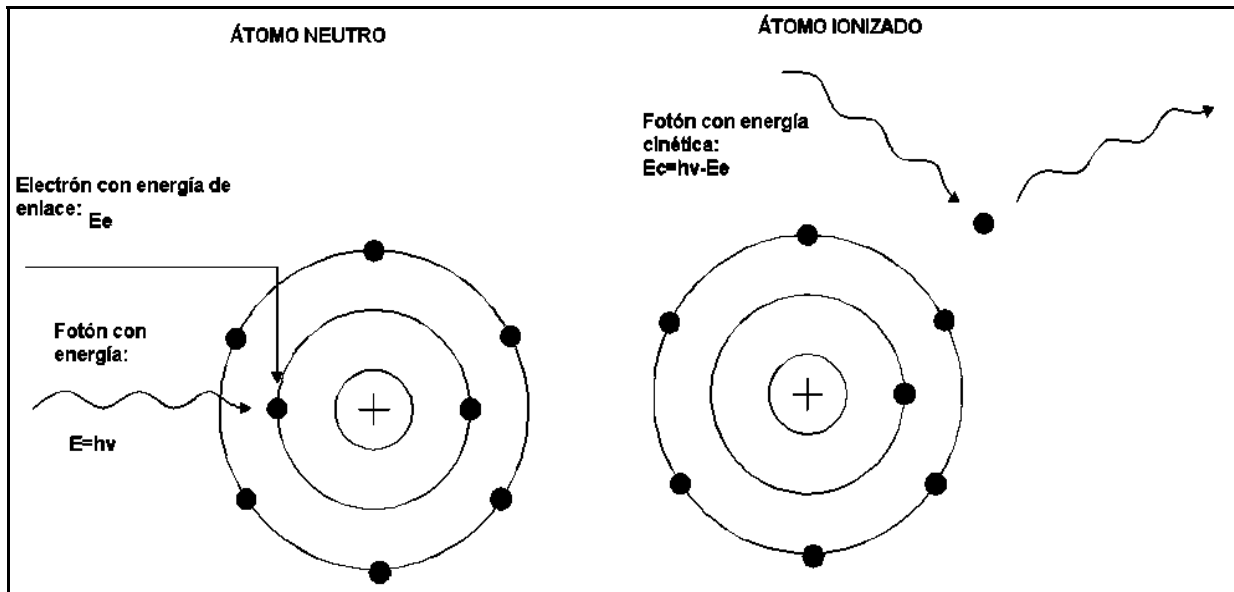


Figura 1.4 Efecto Fotoeléctrico.

1.9.3.2 Efecto Compton.

Cuando la radiación gamma no es absorbida o su energía es aproximadamente 1MeV, se puede generar este tipo de proceso (Fig. 1.5), en el cual un rayo gamma choca (obedeciendo a las leyes de conservación) con un electrón a la que le transfiere parte de su energía: como resultado se tiene un electrón dispersado y un rayo gamma dispersado de menor energía. La pérdida de energía de un rayo gamma depende del ángulo de dispersión.⁽⁸⁾

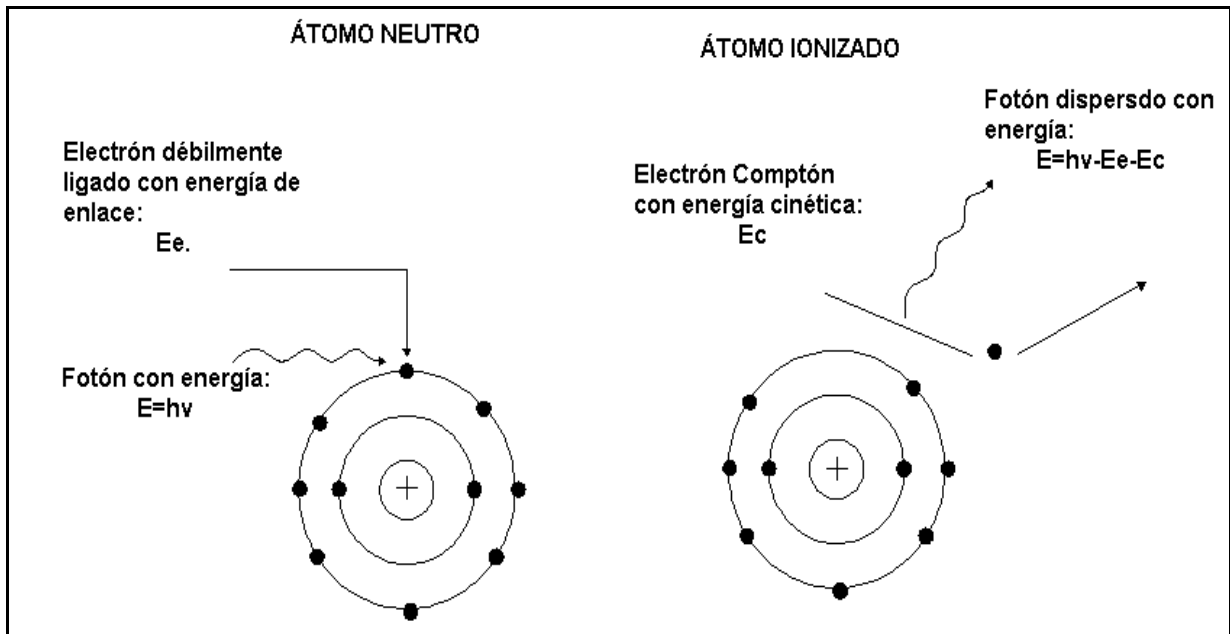


Figura 1.5 Efecto Compton.

1.9.3.3 Producción de pares.

Para los rayos gamma de alta energía ocurre este tipo de proceso (Figura 1.6), el cual consiste en la creación de un electrón y un positrón como resultado de la interacción de la radiación gamma con el campo eléctrico de un núcleo, o en ocasiones de un electrón.^(8,9)

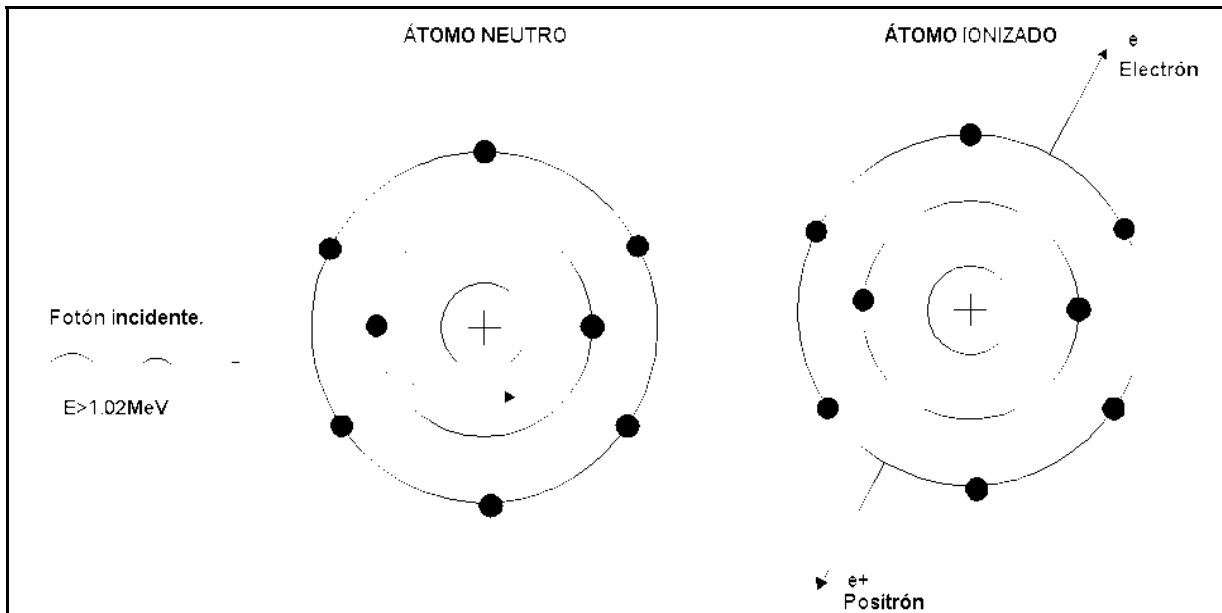


Figura 1.6 Producción de pares.

1.10 UNIDADES DE MEDICIÓN DE LA ACTIVIDAD.

La Comisión Internacional de Unidades y Medidas de Radiación (ICRU) desarrolla definiciones formales de cantidades y unidades de radiación que tienen aceptación internacional. La Comisión Internacional de Protección Radiológica (CIPR) también establece normas para la definición y utilización de diversas cantidades y unidades que suelen emplearse.

La unidad de actividad es el curie o curio, que se define como cualquier cantidad de material radiactivo que sufre $3.7 \cdot 10^{10}$ desintegraciones por segundo (dsp) ó $2.22 \cdot 10^{12}$ desintegraciones por minuto (dpm) las cuales equivalen aproximadamente a la velocidad de decaimiento de 1 gr. de Radio.^(2, A)

Cuando la actividad de una muestra de material radiactivo es muy pequeña puede resultar conveniente utilizar algunos submúltiplos del curie, es recomendable consultar la Tabla 1.3.

Tradicional	Sistema Internacional (SI)
1curie (Ci)	$3.7 \cdot 10^{10}$ Bq
1 milicurie (mCi)	$3.7 \cdot 10^7$ Bq
1 microcurie (μ Ci)	$3.7 \cdot 10^4$ Bq
1 nanocurie (nCi)	$3.7 \cdot 10^1$ Bq

Tabla 1.3 Unidades de Actividad.

1.11 CAMPOS DE APLICACIÓN DE LA RADIATIVIDAD.

La radiación ionizante esta en todas partes. Llega desde el espacio exterior en forma de rayos cósmicos. Esta en el aire en forma de emisiones de Radón radiactivo y su progenie. Los isótopos radiactivos que se generan en forma natural entran y permanecen en todos los seres vivos. De hecho todas las especies de este planeta han evolucionado en presencia de radiación ionizante.

Si bien la radiación ionizante puede ser perjudicial, también tiene muchas aplicaciones beneficiosas, que mejoran la calidad de vida y ayudan a la sociedad de muchas maneras.⁽⁹⁾

1.11.1 En la industria

Los ingenieros emplean material radiactivo en la operación de registro de pozos petrolíferos y para medir la densidad de humedad de los suelos. Los radiólogos industriales se valen de rayos X en el control de calidad para observar las estructuras internas de aparatos fabricados. Las señales de las salidas de edificios y aviones contienen tritio radiactivo para que brillen en la oscuridad en caso de fallo de la energía eléctrica.

Muchos detectores de humo en viviendas contienen americio radiactivo.^(7,B)

1.11.2 En la medicina.

En medicina, los rayos X permiten obtener radiografías para el diagnóstico de lesiones y enfermedades internas. Los médicos especializados en medicina nuclear utilizan material radiactivo como trazadores (a los radionuclidos que se agregan a un sistema reaccionante, para seguir el curso de la reacción química se le llama rastreadores o trazadores.) para formar imágenes detalladas de estructuras internas y estudiar el metabolismo. En la actualidad se dispone de radiofármacos terapéuticos para tratar trastornos como el hipertiroidismo y el cáncer.^(7,B)

1.11.3 En la agricultura.

Con el uso de rastreadores se logro determinar la forma de abonar los campos por ejemplo: se determino que los árboles frutales absorben mejor el zinc por el follaje y que la planta de algodón lo hace por la semilla en tiempos de siembra. Otra aplicación importante es con radioisótopos que emiten gamma cuando decaen, destruyen el gorgojo rosado que es una plaga para la planta de algodón, impiden el crecimiento del moho en naranjas y tomates.^(7,B)

CAPITULO 2

FUNDAMENTOS

2.1 TÉCNICAS ANALÍTICAS EMPLEADAS EN EL ESTUDIO DE LA MATERIA PRIMA (S).

2.1.1 Difracción de rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es una técnica analítica que sirve para obtener información sobre la estructura y composición de los materiales cristalinos. Como los cristales son formaciones simétricas de átomos, actúan como retícula de difracción, así pues las muestras deben ser sólidas y pueden presentarse para su análisis en cualquier forma, pero preferentemente en polvo fino.

Los factores de preparación de la muestra son críticos dado que el número de partículas cristalinas ha de ser elevado para poder tener una señal intensa que pueda ser fácilmente detectable y comparable con patrones bien conocidos.

Los rayos X son ondas electromagnéticas con alto poder de penetración; se producen cuando electrones de alta velocidad chocan con un metal y se pueden generar en tres formas diferentes, como son:

1. Excitando átomos mediante rayos X se obtienen los mismos.
2. Por colisiones de electrones de alta energía con un sólido, obteniéndose radiación de varias longitudes de onda.
3. Por excitación de átomos utilizando electrones con energías discretas, la radiación que se obtiene es característica.

2.1.2 Microscopia Electrónica de Barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido esta basado en el hecho de barrer una muestra con un haz electrónico de sección transversal pequeña y de alta energía y generar una imagen punto a punto de ella.

El microscopio de barrido es extraordinariamente útil para estudiar las características morfológicas y topológicas de la muestra. Cuando el haz de electrones interacciona con la muestra se producen varios tipos de señales (electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, Auger, rayos X, etc.), las cuales nos permiten hacer la caracterización estructural y química de esta. Los electrones retrodispersados y secundarios nos dan información sobre la superficie de la muestra, permitiéndonos de este modo obtener una imagen topográfica de ella.

Los electrones absorbidos, con el detector adecuado, nos proporciona información sobre la resistividad de la muestra. Los electrones Auger y rayos X característicos dependen de la composición química de la muestra, permitiéndonos hacer un análisis químico de ella.⁽⁴⁾

2.1.3 Espectrometría Gamma

Esta técnica analítica se lleva acabo por el detector centellador, consiste básicamente en un cristal de NaI ó KI, con una altura y un diámetro de 5cm. Está rodeado por un cilindro de plomo para proteger el detector de la radiación de fondo.

Cuando la radiación gamma golpea el cristal y por las propiedades de este, emite una luz que viaja a través del mismo, esta luz es detectada por un tubo fotomultiplicador (PMT).

La información que proporciona el PMT esta dada por el orden de los mV, los datos son mandados a un preamplificador para que a estos pulsos se le de el voltaje y corriente deseada sin modificar la figura del pulso, posteriormente pasa a un preamplificador el cual se encarga de seleccionar la información por medio de un discriminador y eliminar el ruido, en esta misma etapa se le da la forma de pulso deseado para ser procesada y sea representada en un diagrama de frecuencias de distribución de energía de fotones gamma detectados.⁽⁵⁾

2.2 ELEMENTOS DEL GRUPO VI: O, S, SE, Te Y Po

Los elementos del grupo VI A, conocidos como la familia del grupo del oxígeno, comprenden al oxígeno (O), azufre (S), selenio (Se), telurio (Te) y polonio (Po). Se presentan en diversas formas alotrópicas.

Aunque todos ellos tienen seis electrones de valencia, sus propiedades varían de no metálicas a metálicas en cierto grado, conforme aumenta el numero atómico.^(11,12)

2.3 AZUFRE

2.3.1 Propiedades físicas del azufre

El azufre se presenta en la naturaleza en varias formas alotrópicas. La variación de estas formas de presentación va acompañada de una variación de las propiedades físicas y del contenido de energía. Se conocen varios estados del azufre que difieren, si son sólidos, en la forma cristalina y si son líquidos en la viscosidad y el color. Estos estados pueden cambiarse unos en otros; pero al combinarse el azufre con una sustancia determinada produce el mismo compuesto, independientemente de la forma alotrópica usada en la reacción.

El azufre se presenta principalmente en dos formas cristalizadas y una amorfa, pero pueden cambiar unas en otras. Las formas cristalinas son: azufre rómbico o alfa (α), y azufre monoclinico. El azufre alfa, es un polvo amarillo pálido, inodoro, frágil, funde a 113°C, tiene una masa específica de 2.07, es insoluble en agua pero soluble en bisulfuro de carbono. La forma monoclinica aparece a partir de la alfa, por encima de 95.6°C, su estructura básica esta formada por 6 anillos de 8 átomos; es amarillo insoluble en agua, ligeramente soluble en bisulfuro de carbono, funde a 119°C, tiene una masa específica de 1.96.

El azufre amorfo a plástico es el fundido subenfriado de color marrón claro que se forma al enfriar súbitamente el azufre líquido. La flor de Azufre es un polvo amarillo que se forma en las superficies frías en contacto con vapor de azufre.

La forma cristalina alfa (α), es el material que se uso en esta investigación para obtener el producto principal ^{32}P . A demás del ^{32}S o azufre alfa se tienen otros núclidos, (Tabla 2.1).^(7,11,12)

Núclido	Abundancia	Peso atómico gr/mol-gr	Vida media	Decaimiento
S-32	95.02%	31.9721	0	Estable
S-33	0.76%	32.9714	0	Estable
S-34	4.22%	33.9679	0	Estable
S-35	0%	34.969	87.2 d	β^-
S-36	1.4e-002%	35.9671	0	Estable

Tabla 2.1 Núclidos del elemento S.⁽⁶⁾

2.3.2 Propiedades químicas del azufre

El azufre es un no metal que pertenece al grupo VI de la tabla periódica, tiene forma molecular S_8 , constituye alrededor del 0.06% en masa de la corteza terrestre, es accesible porque existe comúnmente en la naturaleza en forma elemental, en el yeso ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) y en diversos sulfuros minerales como pirita (FeS_2).

También esta presente en el gas natural, como H_2S , SO_2 y otros compuestos del azufre. Es insoluble al agua pero soluble en CS_2 , que ebulle a $46^\circ C$.

Presenta una gran variedad de números de oxidación, el compuesto hidrogenado más conocido es el bisulfuro de hidrógeno, que ebulle a los $60.2^\circ C$, huele a huevo podrido es altamente tóxico y es un ácido ditrópico muy débil.

El azufre tiene dos óxidos importantes: dióxido de azufre (SO_2) y tritóxido de azufre (SO_3). El SO_2 se forma cuando se quema azufre en el aire, tiene un

punto de ebullición de -10°C , es un gas incoloro con olor penetrante y muy tóxico, con el agua forma HSO_3^- .

Las propiedades del azufre se resumen en la tabla 2.2.

Propiedad	Valor
Número atómico	16
Masa atómica	32.066
Número de protones	16
Número de neutrones	16
Estructura electrónica	$[\text{Ne}] 3s^2 3p^4$
Números de oxidación	-2, 2, 4, 6
Electronegatividad	2.58
Energía de ionización	1000 kJ/mol
Afinidad electrónica	200 kJ/mol
Radio atómico	1.09 Å
Radio covalente	1.02 Å
Entalpía de fusión	1.23 kJ/mol
Entalpía de vaporización	9.62 kJ/mol
Punto de fusión	115.21°C
Punto de ebullición	444.6°C
Densidad(20°C)	2.07 kg/m ³ : rómbico 1.957 kg/m ³ : monoclinico
Volumen atómico	15.49 cm ³ /mol
Estructura cristalina	Ortorombica
Calor específico	0.71 J/g K

Tabla 2.2 Propiedades físicas y químicas del azufre.

2.4 FÓSFORO

2.4.1 Propiedades físicas del fósforo

El fósforo se presenta en diversas formas alotrópicas que difieren bastante por sus propiedades. Las dos variedades más importantes son el fósforo blanco y el fósforo rojo. El fósforo blanco, es un sólido blando, translucido, de olor aliacéo y de aspecto ceroso, que se obtiene por condensación de los vapores del fósforo. Es muy soluble en sulfuro de carbono, benceno, aceites vegetales, etc. El fósforo blanco, extremadamente tóxico e inflamable, decae en dos formas: alfa y beta, con una temperatura de transición de $-3,8^{\circ}\text{C}$; expuesto a la luz solar o al calor (300°C) se transforma en fósforo rojo en reacción exotérmica. Éste es más estable, menos volátil y tóxico que el fósforo blanco y es el que se encuentra normalmente en los laboratorios y con el que se fabrican la cerilla. Para consultar una propiedad específica del fósforo consultar la tabla 5.

2.4.2 Propiedades químicas del fósforo

El fósforo pertenece al grupo V de la tabla periódica, es un no metal, se encuentra en la naturaleza en rocas fosfóricas constituidas principalmente de fosfato de calcio $(\text{Ca}_3(\text{PO})_4)_2$ y fluorapatita $(\text{Ca}_5(\text{PO})_4\text{F})$ el fósforo libre tiene la forma P_4 discreta. El fósforo blanco es muy tóxico y muy reactivo, estalla en flamas espontáneamente para oxidarse cuando se expone al aire y se le aplica la más mínima fricción. Sus dos óxidos más importantes son el hexaóxido de fósforo (P_4O_6) , y el decaóxido de fósforo $(\text{P}_4\text{O}_{10})$. Estos óxidos se obtienen quemando el fósforo blanco en un exceso de oxígeno, al diluirse con agua se obtiene ácido hipofosforoso (H_3PO_2) , ácido fosforoso (H_3PO_3) , ácido fosforoso u ortofosfórico (H_3PO_4) , y ácido trifosfórico $(\text{H}_5\text{P}_3\text{O}_{10})$.

El fósforo es un elemento esencial para la vida. Constituye el 1% en masa del cuerpo humano. Como fosfato de calcio $(\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2)$, constituye el 20% del esqueleto, además de que los fosfatos son importantes componentes de

los materiales genéticos: ácido desoxiribonucleico (ADN), y ácido ribonucleico (RNA).^(7,11)

Propiedad	Valor
Número atómico	15
Masa atómica	30.97376 uma
Número de protones	15
Número de neutrones (^{32}P)	17
Estructura electrónica	[Ne] 3s ² 3p ³
Números de oxidación	±3,5,7
Electronegatividad	2.19
Energía de ionización	1011.7 kJ/mol
Afinidad electrónica	72 kJ/mol
Radio atómico	1.23 °A
Entalpía de fusión	0.628 kJ/mol
Entalpía de vaporización	12.129 kJ/mol
Punto de fusión	44.15°C
Punto de ebullición	280°C
Densidad _(20°C)	1.82 g/cm ³
Volumen atómico	17 cm ³ /mol
Estructura cristalina	Monoclinica
Calor específico	0.77 J/g K

Tabla 2.3 Propiedades físicas y químicas del
fósforo.

2.5 FÓSFORO-32

El ^{32}P es un radioisótopo emisor β^- puro de energía máxima y media de 1.71 MeV y 0.6 MeV respectivamente, con vida media de 14.28 días, (Tabla 2.4) decae a azufre-32, (^{32}S), y tiene aplicaciones en la industria, agricultura, medicina y biología.

Núclido	Abundancia	Peso atómico	Vida media	Decaimiento
P-31	100 %	30.9938	0	Estable
P-32	0 %	31.9739	14.28 d	β^-
P-33	0 %	32.9717	24.3 d	β^-

Tabla 2.4. Núclidos del fósforo.⁽⁶⁾

El fósforo-32 produce *Bremsstrahlung*, por fotones de la alta energía. El ^{32}P es muy conveniente pero tiene algunos problemas. Primero tiene un periodo de vida corto que previene el uso a largo plazo en pruebas. Después, genera altas energías que pueden ser un problema para su uso y es necesario hacer un uso rápido para evitar altos fondos una vez que el producto esta etiquetado. Sus características se resumen en la tabla 2.5.

Vida media	14.3 días
Emisión principal	Beta
Energía	1.709 Mev
Penetración máxima en el aire.	790 cm.
Blindaje	Acrílico
Detección de la contaminación	Monitor GM

Tabla 2.5 Características físicas del fósforo-32.⁽¹³⁾

Para reducir emisiones beta y para reducir al mínimo la radiación de *Bremsstrahlung*, se requiere blindar el ^{32}P . Los parámetros siguientes demuestran que al blindar se reduce la exposición a aproximadamente 1 mR/hr.:

Actividad (mCi)	Espesor (mm)	
	Acrílico	Plomo
< 5.0	6.4	
>5.0	6.4	1.14
>10	11.4	2.29

Tabla 2.6 Blindaje para ^{32}P

2.5.1 En la industria

El ^{32}P en la industria puede ser usado principalmente como trazador de flujos que puede marcar, tiempo de mezclado, medidores de nivel entre otros procesos. Una de sus aplicaciones más desarrolladas en la medición de espesores de papel durante el proceso de su fabricación, con lo cual se controlan las cantidades de agua, celulosa y así controlar el espesor.^(B)

2.5.2 En la medicina

Tiene usos médicos sobre todo en el tratamiento de algunos cánceres y en el diagnóstico de desórdenes sanguíneos. En el tratamiento de cáncer ovárico, en la investigación de glioblastoma multiforme, tratamiento de cáncer hepatocelular, tratamiento de cáncer pancreático no resecable. También es usado en la investigación molecular de la biología y de la genética en estudios de ecosistemas y estudios de ADN.

El fósforo-32 es un isótopo que se usa para diagnosticar y tratar enfermedades relacionadas con los huesos y con la médula ósea. La *polycythaemia rubra vera* es una enfermedad peligrosa que consiste en la multiplicación rápida de los glóbulos rojos en la médula ósea lo que se

controla con el radioisótopo ^{32}P que aunque no cure siempre a esta enfermedad, al menos mantiene bajo control al paciente, de manera que vive más tiempo y le quita malestares. El ^{32}P también se usa con éxito en el tratamiento de formas crónicas de leucemia.^(B)

2.5.3 En la agricultura

El ^{32}P también se utiliza como radiotrazador en usos agrícolas. Uno de los nutrientes fundamentales de las plantas presentes en el subsuelo es el fósforo en combinación con otros elementos, por tal razón resulta de gran importancia contar con un radiotrazador como el ^{32}P , que se aplica en la preparación y selección del mejor fertilizante y aplicación según el suelo y la planta con que se trabajen.^(B)

2.6 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32 EN EL MUNDO

El proceso de producción está basado en la reacción $^{32}\text{S}(n,p)^{32}\text{P}$. La aplicación de la reacción $^{31}\text{P}(n,\gamma)^{32}\text{P}$ es limitada.

Los datos de los procesos de producción pueden ser clasificados de acuerdo a la naturaleza del método de separación usado. Un gran número de métodos han sido reportados en la literatura sobre la separación del ^{32}P del azufre irradiado, estos serán descritos a continuación. Los métodos varían con la forma física y química del azufre.

En la producción rutinaria de Fósforo-32, se utilizan diferentes métodos y son clasificados como:

A) Métodos de destilación. Involucran la destilación del azufre irradiado a temperaturas cerca de los 500°C , en una atmósfera de Nitrógeno, ó una temperatura baja ($180\text{-}220^{\circ}\text{C}$), y una presión reducida ($1\text{-}5\text{ mm Hg}$).

B) Métodos de extracción. Involucra la extracción de ^{32}P en agua, o un ácido diluido o concentrado. Una parte del azufre irradiado puede extraerse por ácidos.

C) Por la irradiación de sulfatos y polisulfatos, el blanco puede disolverse con agua y el ^{32}P es separado por métodos de adsorción o precipitación.

Los métodos de destilación son probablemente los más usados cuando se requiere una actividad grande del ^{32}P . Los métodos de destilación a temperatura alta (Estados unidos, Reino unido, Japón, China, etc.) son usados normalmente en atmósfera de gas inerte, preferentemente nitrógeno, para evitar cualquier riesgo de incendio posible. Otra forma de destilación, es con presión reducida (Francia, India, Polonia), puede ser usada debajo de la temperatura de ignición del azufre y el equipo de cristal. En general los métodos de destilación generan productos puros, puesto que no se le agrega ningún reactivo adicional.

Los métodos de extracción pueden ser usados para la producción a una escala muy pequeña, pues tiene ciertas limitaciones. Si introducimos un agente, afecta el tamaño de partícula del azufre, y la irradiación con un flujo alto de neutrones no es posible.

La extracción con ácidos puede introducir una gran variedad de impurezas, incluyendo la posible corrosión de los productos que tendríamos que remover.⁽⁶⁾

Cualquier método utilizado implica el uso de procesos químicos que varían con el blanco utilizado, y tiene los siguientes pasos:

- a) Separación del ^{32}P de un blanco.
- b) Purificación si es necesaria.
- c) Ajuste final del producto.

2.7 MÉTODOS DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32 EN MÉXICO

En el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares, se encuentra la planta de producción de radioisótopos, la cual cubre en el área de la medicina el 70% aproximadamente del mercado nacional y exporta a algunos países de Latinoamérica. Actualmente la planta cuenta con instalaciones modernas y certificadas con la Norma ISO-9001-2000, esto les da la confianza a los clientes en cuanto a la calidad de sus productos.

En esta planta se desarrollo el proceso de obtención de ^{32}P . Para perfeccionamiento del método se investiga la reacción nuclear de interés, seleccionar y estudiar la materia prima desde sus propiedades físicas y químicas y lograr una alta purificación de la misma. Es necesario realizar cálculos matemáticos de irradiación previos a la irradiación en el Reactor Triga Mark III.

Al irradiar azufre, además de llevarse acabo la reacción nuclear $^{32}\text{S}(n, p)^{32}\text{P}$, se llevan acabo otras reacciones colaterales, debido a la presencia de otros isótopos que conforman el azufre en la naturaleza (Tabla 2.7).

Isótopo	Abundancia isotópica %	Tipo de neutrones	Reacción nuclear	Tiempo de vida media.
^{32}S	95.02	Térmicos	$^{32}\text{S}(n, \gamma)^{33}\text{S}$	estable
^{32}S	95.02	Rápidos	$^{32}\text{S}(n, p)^{32}\text{P}$	14.28 d

^{33}S	0.75	Térmicos	$^{33}\text{S}(n, \gamma)^{34}\text{S}$	estable
^{33}S	0.75	Rápidos	$^{33}\text{S}(n, p)^{33}\text{P}$	25.3 d
^{34}S	4.21	Térmicos	$^{34}\text{S}(n, \gamma)^{35}\text{S}$	87.2 d
^{34}S	4.21	Rápidos	$^{34}\text{S}(n, p)^{34}\text{P}$	14.4 s
^{36}S	0.02	Térmicos	$^{36}\text{S}(n, \gamma)^{37}\text{S}$	5.05 m
^{36}S	0.02	Rápidos	$^{36}\text{S}(n, p)^{36}\text{P}$	5.9 s

Tabla 2.7 Reacciones nucleares del Sα.⁽⁶⁾

Debido a que la reacción $^{31}\text{P}(n, \gamma)^{32}\text{P}$ es limitada y mediante esta se obtienen actividades bajas de ^{32}P , a diferencia de la reacción $^{32}\text{S}(n, p)^{32}\text{P}$, cuyas actividades obtenidas de ^{32}P son altas, además el azufre es un material de fácil manipulación, de bajo costo y de fácil adquisición en el mercado, se eligió como materia prima para la producción de ^{32}P , al azufre.

Una vez que el azufre es irradiado, es necesario realizar la separación radioquímica y caracterizar el producto final para ajustar los parámetros a las normas de la FARMACOPEA.

CAPITULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. MATERIALES Y EQUIPOS.

3.1.1. Materiales.

3.1.1.1. Preparación del azufre.

- a) Guantes de plástico
- b) Pinzas para cápsula
- c) Papel absorbente
- d) Cinta
- e) Etiquetas
- f) Frascos de vidrio de 20 ml (5)
- g) Mangueras de plástico
- h) Matraz Kitazato de 250 ml
- i) Tapón de hule
- j) Embudo
- k) Papel Whatman 1,2 y 3.
- l) Trampa de agua
- m) Caja petri
- n) Matraz Erlenmeyer de 250 ml
- o) Pipeta 25 ml
- p) Piceta
- q) Gato mecánico
- r) Soporte universal
- s) Pinzas para matraz

3.1.1.2. Aplicación de técnicas analíticas.

- a) Cinta de carbón
- b) Tijeras
- c) Pinzas para portamuestras
- d) Papel absorbente
- e) Mortero de Agata
- f) Espátula
- g) Agitador

3.1.1.3. Irradiación del azufre.

- a) Pinzas para tubo de ensaye
- b) Cápsula de aluminio 99 % pureza
- c) Vaso de precipitado de 1000 ml
- d) Contenedor de plomo
- e) Pinzas para cápsula de aluminio
- f) Contenedor de unicel
- g) Carro de transporte
- h) Acetona
- i) Micropipeta
- j) Frascos de vidrio color ámbar (20 ml)

3.1.1.4 Destilación del fósforo-32.

- a) Papel absorbente
- b) Charola
- c) Aire a presión
- d) Pinzas
- e) Pipetas (2)
- f) Termómetro de 500 °C
- g) Contenedor de plomo
- h) Luz eléctrica

- i) Piceta
- j) Agua destilada
- k) Nitrógeno líquido
- l) Ácido clorhídrico
- m) Acetona

3.1.1.5 Control de calidad.

3.1.1.5.1 Coeficiente de atenuación.

- a) Piceta
- b) Papel absorbente
- c) Charola
- d) Vidrio de reloj (2)
- e) Vasos de precipitado (3)
- f) Agua destilada
- g) Acetona
- h) $\text{H}_2^{32}\text{PO}_4$ Solución patrón
- i) $\text{H}_2^{32}\text{PO}_4$ Solución de análisis (2)

3.1.1.5.2 Espectrometría Gamma.

- a) Micropipeta 5ml
- b) Viales (5)
- c) Frasco ámbar (5)
- d) Etiquetas

3.1.1.5.3 Prueba de pirógenos

- a) Frascos esterilizados: 52
- b) Algodón
- c) Charola
- d) Pinzas

- e) Bolsa de plástico
- f) Jeringas: 1ml (2), 5 ml, 10 ml (4).
- g) Gradilla
- h) Benzal
- i) Agua inyectable Pisa.

Material Personal:

- a) Cofia
- b) Cubre bocas
- c) Guantes esterilizados
- d) Bata

3.1.2 Equipos.

3.1.2.1. Preparación del azufre.

- a) Campana de extracción
- b) Balanza analítica
- c) Bomba de vacío

3.1.2.2. Aplicación de técnicas analíticas.

- a) Microscopio electrónico de alto vacío, XL30.
- b) Microscopio electrónico de bajo vacío, JEOLJSM 5900LV.
- c) Difractometro de rayos X, kristalloflex K760-80

3.1.2.3. Irradiación del azufre.

- a) Reactor Triga Mark III.
- b) Carro blindado para transportar material radiactivo
- c) Detector de radiación Teletector
- d) Detector de radiación Geiger Muller
- e) Ropa de protección personal: Guantes (2), cubre boca, bata y cofia.

3.1.2.4. Destilación del fósforo.

- a) Medidor controlador de temperatura
- b) Bomba de vacío
- c) Caja de guantes
- d) Detector Geiger Muller

3.1.2.5. Control de calidad.**3.1.2.5.1 Coeficiente de transmisión**

- a) Detector de radiación Geiger Muller
- b) Analizador acoplado a una caja de acrílico.
- c) Placa de aluminio para analizador.
- d) Campana de extracción.

3.1.2.5.2 Espectrometría Gamma.

- a) Detector de Germanio Hiperpuro
- b) Cámara de ionización ATOMLAB
- c) Campana de extracción.

3.1.2.5.3 Prueba de pirógenos.

- a) Mufla
- b) Campana de extracción esterilizada

3.2. PROCESO DE OBTENCIÓN DE FÓSFORO-32.

El proceso de producción de fósforo-32 consta básicamente de tres etapas:

01. Purificación del azufre (materia prima): para obtener el azufre alfa y evitar durante la irradiación reacciones colaterales que impiden la separación radioquímica del fósforo-32 y su aplicación.

02. Irradiación: Se lleva a cabo la reacción nuclear $^{32}\text{S}(n, p)^{32}\text{P}$, con neutrones rápidos en el reactor nuclear TRIGA MARK III.

03. Separación radioquímica: por medio del proceso de destilación seca a alta temperatura separamos el ^{32}P de azufre alfa en atmósfera inerte de nitrógeno.

3.2.1. Procedimiento de operación del proceso.

Para separar al ^{32}P del azufre es necesario producirlo en un sistema cerrado con el fin de evitar las fugas de material radiactivo al medio ambiente, por lo tanto la etapa de separación radioquímica del ^{32}P del S, se realiza en una caja de guantes equipada con un sistema de extracción del aire, partes mecánicas de hierro y vidrio pirex con manipuladores y perillas que accionan desde el exterior de esta forma el proceso de destilación es operado y consta de los siguientes pasos (Fig. 3.1 y 3.2 y tabla 3.1):

1. Se introduce el azufre irradiado por la entrada a la caja de guantes (parte posterior), y se deposita el reactor (H-1).
2. Se coloca la tapa de inyección de nitrógeno (TA-2) en el reactor (H-1) y se activa la corriente de nitrógeno.
3. Destilación del azufre:
 - Cerrar las válvulas V-1, V-2 y V-3 y abrir las válvulas V-4 y V-5.
 - Abrir la corriente de nitrógeno.
 - Encender el horno de destilación a 445 °C.
 - Comienza la destilación en los receptores R-1 y R-2.
 - El fósforo-32 queda adherido en las paredes del reactor H-1.
 - Para 6 g de azufre a destilar, el tiempo es de 1 hora.
 - Terminada la destilación, se baja la temperatura a 110 °C, para pasar a la etapa 5.
4. Introducción de HCl al reactor (H-1).
 - Se abren las válvulas V-1, V-2, V-4 y V-5 y se cierra la válvula V-3.
 - Se cambia la tapa de nitrógeno y se coloca la tapa de inyección de HCl en el reactor H-1.

- Se activa la bomba de vacío y en este momento el inyector de HCl del dosificador D-1 también se activa y se observa como se introduce el HCl al reactor H-1. Al acabar de introducir el HCl, simultáneamente se apaga la bomba de vacío y se abre la válvula de alivio.
- 5. Reacción del HCl con el ^{32}P y formación de ácido ortofosfórico como producto final del proceso y la temperatura en esta etapa es de 110 °C.
- Con el fin de llevar acabo la reacción en vacío, se abren las válvulas V-1, V-2, V-4 y V-5 y se cierra la válvula V-3.
- Se cierran las válvulas V-2 y V-4 al mismo tiempo, en este momento se logra el vacío en el Reactor H-1. Se apaga la bomba de vacío.
- En estas condiciones se lleva acabo la reacción la cual dura 1 hora.
- Se obtienen el ácido ortofosfórico ($\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$).
- 6. Extracción del ácido ortofosfórico ($\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$) como producto final.
- Abrir V-1, V-3 y V-5 y cerrar V-2 y V-4. Después activar la bomba de vacío.
- En este momento pasa el ácido ortofosfórico del reactor H-1 al dosificador D-1 (para asegurar el paso completo del ácido se cierra lentamente V-5).
- Cuando ha pasado todo el ácido ortofosfórico se apaga la bomba de vacío y se abre V-4.
- Se cierra la válvula de alivio.



Figura 3.1 Caja de guantes actual.

CLAVE:	NOMBRE:
H-1	Reactor con horno
TA-2	Tapa de inyección de nitrógeno
TA-1	Tapa de inyección y extracción
R-1, R-2	Receptor de azufre 1 y 2.
DL-1, DL-2, DL3	Dilutor de azufre 1, 2 y 3.
F-1, F-2	Filtro de carbón activado 1 y 2
TR	Trampa de azufre.
V-A	Válvula de alivio.
D-1, D-2	Dosificador 1 y 2
T-1, T-2, T-3	Conexión en T
V-1, V-2, V-3, V-4, V-5	Válvula de mariposa 1, 2, 3, 4, y 5.
B-1	Bomba de vacío.

Tabla 3.1 Notaciones correspondientes a la figura 8.

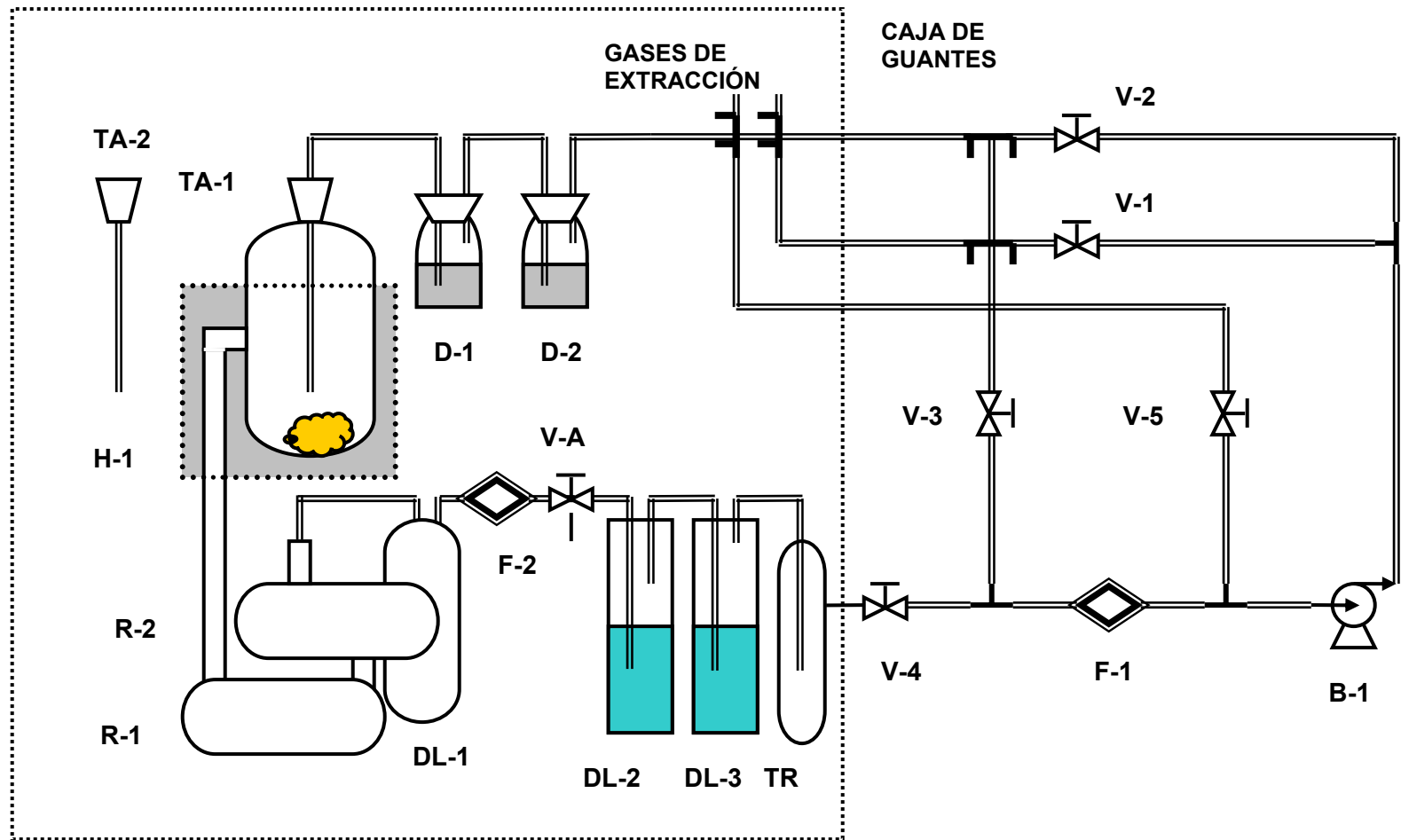


Figura 3.2 Sistema de destilación de fósforo-32.

3.2.2. Inconvenientes del proceso.

- a) El sistema actual, (Fig.3.2 y tabla 3.1) no recupera el ácido ortofosfórico por completo, la tapa intercambiable (TA-1) no toca el fondo del recipiente. Es decir, el tubo no succiona el material y también se genera vacío.
- b) El sistema de alimentación y extracción al dilutor 1 y 2 tiene severos daños, ya que las conexiones y mangueras presentan desgaste, y las agujas corrosión.
- c) El filtro 1 y 2 están totalmente afectados por la corrosión.
- d) Las conexiones de las mangueras que entran a la caja de guantes fueron improvisadas con silicón por lo que se encuentran plegadas y en mal estado.
- e) La puerta tiene un problema mecánico, lo que impide el hermetismo de la misma ya que los empaques están muy degradados.
- f) Durante la recuperación de material radiactivo la bomba podría contaminarse, se requiere una válvula de paso.
- g) Los gases generados van directamente al sistema de extracción general complicando su tratamiento posterior.
- h) Resulta complicado controlar el flujo de nitrógeno que entra en el sistema.
- i) El equipo en general necesita un arreglo y limpieza profunda.

3.3. PROPUESTA DE PERFECCIONAMIENTO DEL PROCESO DE DESTILACIÓN.

Para separar el fósforo-32 del azufre irradiado, se realiza una destilación en seco a altas temperaturas (444.6 ± 5 °C), en una atmósfera inerte de nitrógeno, debido a que el azufre reacciona violentamente en presencia de oxígeno a temperaturas superiores.

Para extraer el fósforo-32 en forma de ácido ortofosfórico ($H_3^{32}PO_4$) se lleva a cabo la reacción suspendiendo la corriente de nitrógeno y bajando la

temperatura a 110 °C y colocando una solución de HCl 0.1N, el tiempo estimado de reacción es de 2.5 hrs. Para manipular la entrada y salida de materiales se cuenta con un sistema de vacío, que trabaja por medio de una bomba centrífuga con un conjunto de válvulas de paso y mangueras. Debido a los inconvenientes mencionados se realizaron cambios estructurales a la caja de guantes y por lo tanto, el procedimiento de operación es diferente al establecido.

3.3.1 Procedimiento de operación propuesto.

Antes de comenzar el procedimiento es necesario que el dosificador (D-1), contenga el ácido clorhídrico (10ml) y el contenedor F-1 contenga al menos 10 ml de agua, y que los dilutores (DL-1, DL-2, DL-3) y la trampa de azufre (TR-1), contengan agua al menos al 60% de su capacidad.

Resulta necesario, verificar que el sistema de extracción general de gases se encuentre activado y que el tanque de nitrógeno al menos contenga el 50% de su capacidad. Y con estas observaciones, se esta en condiciones de destilar el material irradiado aplicando el siguiente procedimiento de operación (Fig. 3.3 y tabla 3.2):

1. Se introduce el contenedor de plomo que posee el azufre irradiado, por la entrada a la caja de guantes (parte posterior), y con la ayuda de los guantes y pinzas se destapa el contenedor y la cápsula se deposita en el reactor (H-1), subsiguientemente se cierra la puerta.
2. En el reactor (H-1) se coloca la tapa de nitrógeno (TA-2).
3. Destilación del azufre:
 - Cerrar las válvulas V-2, V-3, V-6 y VA.
 - Abrir las válvulas V-1, V-4, V-5 y V-7 para la entrada de nitrógeno.
 - Se activa la corriente de nitrógeno, a través de los dilutores (DL-2 y DL-3) se verifica el flujo de nitrógeno, que preferentemente debe ser muy lento y lo ajustamos con la válvula (V-8), debido a que un

flujo alto arrastraría el producto principal, sin posibilidad de recuperarlo.

- Encender el controlador de temperatura a 125 °C, después 275 °C, en seguida fijar 380 °C y finalmente 465 °C para que la temperatura interna este en un rango de 444 ± 5 °C.
 - Cuando la destilación ha comenzado se observa en el receptor (R-1) una coloración amarillo tenue y paulatinamente se colorea el receptor R-2 también, mientras que el ^{32}P queda adherido en las paredes del reactor. El tiempo estimado para 10 g es de 2.20 horas más 30 minutos para que la temperatura descienda a 110 ± 5 °C y se lleve acabo el paso 4. Cuando la destilación ha terminado en la parte superior del reactor se observa una coloración ámbar.
4. Introducción de HCl al horno:
- Se abren las válvulas V-1, V-2, V-4, V-5 y V-6.
 - Se cierra la válvula V-3 y V-7.
 - Cambiar del reactor la tapa de inyección de nitrógeno (TA-2) y se coloca la tapa de inyección de HCl (TA-1).
 - Activar la bomba de vacío para que el ácido clorhídrico del dosificador (D-1), pase al reactor (H-1).
 - Cuando se ha vertido el contenido del dosificador (D-1), se apaga la bomba de vacío y se abre la válvula de alivio (VA).
 - Sacar las conexiones del dosificador D-1 y colocarlas dentro del contenedor F-1, para evitar la corrosión.
5. Formación de ácido ortofosfórico.
- La reacción se lleva en vacío, abriendo las válvulas V-1, V-4, V-5 y V-7.
 - Cerrar las válvulas V-2, V-3, V-4 y V-6.
 - El tiempo empírico estimado de reacción es de 1.30 h para obtener ácido ortofosfórico.
 - Suspender el vacío y abrir la válvula V-6.

6. Extracción del ácido ortofosfórico.
- Abrir las válvulas V-3, V-7 y activar el vacío.
 - Cerrar lentamente la válvula V-5 para garantizar la recuperación completa de ácido ortofosfórico.
 - Suspender el vacío y abrir la válvula V-4 y cerrar la válvula de alivio (VA).

CLAVE:	NOMBRE:
H-1	Reactor con horno
TA-2	Tapa de inyección de nitrógeno
TA-1	Tapa de inyección y extracción
R-1, R-2	Receptor de azufre 1 y 2.
DL-1, DL-2, DL3	Dilutor de azufre 1, 2 y 3.
F-1, F-2	Filtro de carbón activado 1 y 2
TR-1	Trampa de azufre
V-A	Válvula de alivio
D-1, D-2	Dosificador 1 y 2
T-1, T-2, T-3	Conexión en T
V-1, V-2, V-3, V-4, V-5	Válvula de mariposa 1, 2, 3, 4, y 5.
F-1	Contenedor de agua
C-T	Controlador de temperatura.
T-G	Tanque de nitrógeno.
E-1	Recipiente para tapas de inyección.
B-1	Bomba de vacío.

Tabla 3.2 Notaciones correspondientes a la figura 9

3.3.2. Modificaciones sustanciales al proceso de destilación.

- a) Cambiar las mangueras por otras de mejor calidad (mangueras de Festo), soportadas por pasamuros y sujetadas por abrazaderas. Lo que nos proporciona un sistema hermético que genera el vacío necesario para la introducción o extracción de materiales y también la seguridad de que soportaran las radiaciones sin sufrir deformación.
- b) Agregar un filtro de carbón activado antes de llevar los gases al sistema general de extracción para facilitar los tratamientos posteriores.
- c) Complementar con una válvula de mariposa al sistema de inyección de nitrógeno para reducir el flujo de inyección, con lo cual evitamos el arrastre del material radiactivo y el gasto innecesario de nitrógeno.
- d) Adicionar una válvula de paso entre la conexión T-2 y la bomba de vacío para impedir que durante la recuperación del producto principal la bomba se contamine.
- e) Para ampliar el tiempo de contacto entre el ácido y el ^{32}P se adiciona un contenedor que reduzca la presión de descarga. Esto nos permite recuperar una considerable cantidad de material radiactivo.
- f) En la puerta (parte posterior de la caja de guantes), hace falta matar los filos del vidrio y colocar grasa entre el vidrio y el empaque nuevo. Con lo cual, evitamos problemas mecánicos en el funcionamiento de la puerta.

3.4. PRUEBA DE FUNCIONAMIENTO CON EL PROCESO PERFECCIONADO.

Para la producción de fósforo-32 se trabaja con azufre como materia prima, de dos presentaciones, conocidas en el mercado como: flor de azufre y azufre precipitado. Ambas con características diversas y de costos relativamente bajos.

3.4.1. Preparación de la materia prima para la producción de ^{32}P .

Para obtener ^{32}P , se irradia (α -S) azufre alfa, que proviene de la purificación de la materia prima, por lo cual es necesario eliminar las diversas impurezas, que al ser irradiada la muestra se pueden activar radioisótopos que impiden el uso del ^{32}P y que dificultan la separación radioquímica.

Para eliminar las impurezas que acompañan al azufre, se cristaliza el azufre, ya que es una técnica muy utilizada para la purificación de sustancias sólidas basada en la mayor solubilidad que pueden presentar los sólidos en un disolvente.

El proceso para obtener el azufre- α , se describe a continuación (Fig. 3.4) en 3 etapas:

-  Etapa 1: Pesamos 10.02592 g de Flor de azufre (materia prima), y preparamos la cantidad de CS_2 en la campana de extracción, en este caso 56.3921 ml con una la relación 1:3. Se coloca la Flor de azufre y el solvente en un matraz y se agita suavemente hasta obtener una solución homogénea.

$$\text{moles_de_azufre} : n = \frac{w_s}{PM_s} = \frac{10.02592g}{32.066 \frac{g}{g-mol}} = 0.3118 \text{mol}_S$$

$$\text{densidad_de_CS}_2 = 1.263 \frac{g}{ml}$$

$$\text{Volumen_de_CS}_2 = 0.3118 \text{mol}_S \times \frac{3 \text{mol_CS}_2}{1 \text{mol}_S} \times \frac{76.142g_CS_2}{\text{mol_CS}_2} \times \frac{ml}{1.263g_CS_2}$$

$$\text{Volumen_de_CS}_2 = 56.3921 \text{ml}$$

- 

Etapa 2: En el embudo se coloca papel Whatman 3,2 y 1 como medio filtrante y este se fija sobre un matraz kitazato. Se vierte la solución de la etapa 1, sobre el embudo y se activa la bomba de vacío para vencer la resistencia del medio filtrante. Para evitar que se contamine la bomba se fija previamente un receptor con agua que se utiliza como trampa de azufre. La solución que se obtiene en el matraz Kitazato tiene una coloración tenue respecto a la original.
- 

Etapa 3: La solución del matraz kitazato, se coloca en una caja petri y se cierra la campana de extracción para evitar que se disipe el solvente y para acelerar la cristalización. Los cristales obtenidos de S- α =8.2826 g. Por lo tanto, la eficiencia del proceso corresponde al 82.612%.

Este proceso también se aplica al azufre precipitado y la eficiencia corresponde al 82.4356%.

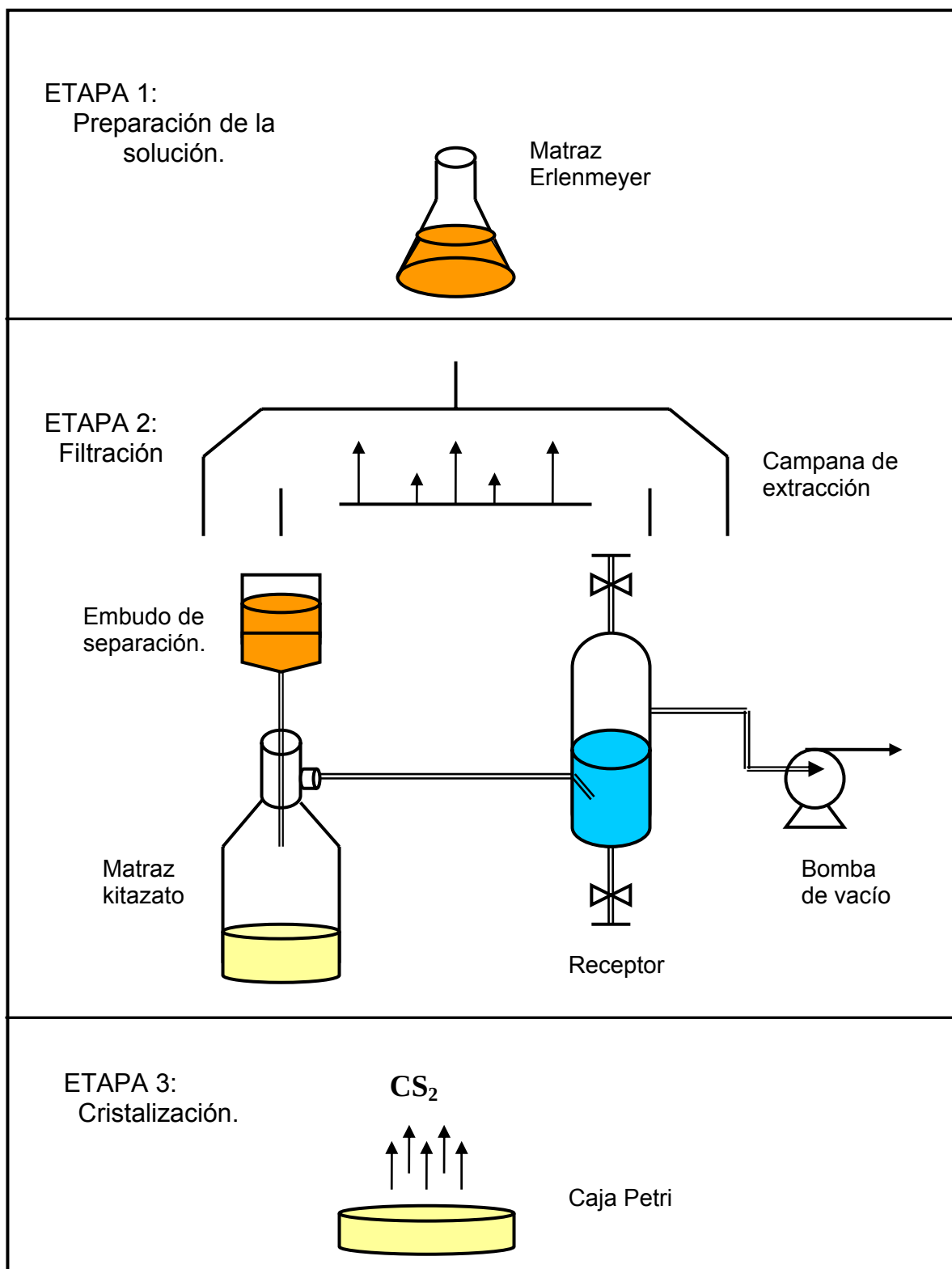


Figura 3.4 Cristalización del azufre para obtener S- α .

3.4.2. Técnicas analíticas aplicadas al azufre.

3.4.2.1 **Análisis del azufre por Microscopia Electrónica de Barrido**

El azufre es analizado por MEB en alto y bajo vacío para determinar los elementos que acompañan al azufre, las cantidades atómicas y en peso de los mismos, así como el tamaño de grano. Para analizar el azufre, se lleva al laboratorio un gramo de muestra con la respectiva solicitud. En seguida la materia prima, es colocada en un porta muestras de platino (Fig. 3.5), sobre una superficie de cinta de carbón, siempre y cuando este libre de humedad, de solventes y no este radiactiva, para MEB alto y bajo vacío.



Figura 3.5. Porta muestra para MEB bajo vacío con una muestra de ^{32}S .

Para realizar los análisis por la técnica MEB en alto vacío (Fig. 12), se requiere que al azufre que es un material no conductor, se le aplique una metalización, es decir, recubrir la muestra con una capa fina de oro, platino o paladio por su facilidad para emitir electrones secundarios que permiten formar las imágenes.

Para los análisis por la técnica de MEB, se aplicaron las siguientes condiciones: distancia de trabajo de 10 ± 1 mm, voltaje de aceleración de 25KV, tamaño de paso (spot size) de 5-3, presión de 1.6×10^{-6} bars, y magnificaciones de 100-1000x.



Figura 3.6 Microscopio Electrónico de Barrido para alto vacío.

El Microscopio Electrónico de Barrido, para bajo vacío (Fig.3.7), opera para la exploración de azufre, bajo las siguientes condiciones: distancia de trabajo 10 ± 1 mm, voltaje de aceleración de 20KV, spot size (diámetro del haz de electrones) de 42-50, presión de 10^{-6} Pa y magnificaciones de 100x-2000x.



Figura 3.7 Microscopio Electrónico de Barrido para bajo vacío.

3.4.2.2 Análisis del azufre por Difracción de Rayos X (DRX).

Los parámetros de análisis para difracción de rayos X están basados en los análisis de Microscopia electrónica de barrido en alto y bajo vacío, ya que ahí detectamos a los elementos que acompañan al azufre se piden las fichas de esos elementos y se selecciona el área de búsqueda. En este caso para detectar silicio, sodio y azufre alfa. Para realizar los análisis a las muestras por DRX es preferente tener un tamaño de grano fino por lo cual granulamos (mínimo 1 g) y posteriormente se entrega la muestra al laboratorio, donde es colocada la misma sobre una cápsula de vidrio esmerilado que previamente ha sido limpiada. La muestra se adhiere a presión sobre la cara de la cápsula para evitar partículas sueltas que pueden separarse y causar la contaminación del equipo. Los parámetros de operación del equipo DRX: voltaje de aceleración de 40KV, ángulo 2θ : 10-40, y un tamaño de paso de 0.05, tiempo por muestra: 30 minutos. El equipo opero con un programa llamado ININ que contiene una biblioteca de datos para identificar los picos característicos mediante los ángulos difractados de la muestra.

3.4.3. Cálculos matemáticos de irradiación del azufre.

Para irradiar el azufre es necesario determinar ciertos parámetros como la masa a irradiar, el tiempo de irradiación, la posición en el reactor y por ende la actividad esperada.

La reacción nuclear para producir ^{32}P es:



La ecuación que describe el comportamiento de los radionúclidos formados de ^{32}P , es:

$$A = \lambda_p N_p = \frac{N_0 m}{(PA)_s} \sigma_s \phi [1 - \exp(-\lambda_p t)] \quad (20)$$

Los subíndices S y P indican azufre y fósforo, respectivamente.

Una ecuación simplificada de la ecuación anterior, para facilitar el manejo de resultados, es:

$$A = 1.63 * 10^{-8} \frac{\sigma_s \phi m}{(PA)_s} [1 - \exp(-\lambda_p t)] \quad (21)$$

Esta ecuación calcula la actividad en mCi del material a irradiar. Cada núcleo radiactivo de un radioisótopo particular tiene la misma posibilidad de desintegración en la unidad de tiempo. Esta probabilidad

se mide por la constante de decaimiento λ , característica de cada especie radiactiva.

La constante de decaimiento se calcula por la ecuación (18):

$$\lambda_p = \frac{0.693}{t_{1/2}}$$

Descripción de los parámetros: ⁽¹³⁾

a. Abundancia isotópica, $^{32}\text{S} = 0.95002$

PA. Masa atómica del azufre, $^{32}\text{S} = 31.92071\text{g/g-mol}$

ϕ . Flujo de neutrones durante la irradiación en el reactor nuclear:

Posición SIFCA (Sistema Fijo de Irradiación de Cápsulas):

Flujo de neutrones = $2.58465 \cdot 10^{12}$ (neutrones rápidos) / (cm²s)

λ . Constante de decaimiento del ^{32}P .

$t_{1/2}$. El tiempo de vida media de fósforo es, $t_{1/2} = 14.28$ días = 342.72hrs.

σ . Sección eficaz del ^{32}S , $\sigma = 0.065$ barns

A. Actividad del ^{32}P en mCi

A través de la figura 3.8 podemos predecir el comportamiento teórico que tendrán las muestras irradiadas para la obtención de fósforo-32 y que es parámetro básico dentro de la solicitud de irradiación para el reactor Triga Mark III.

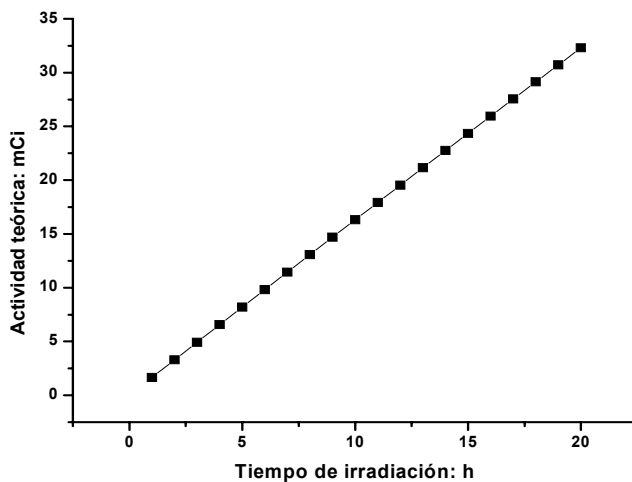


Figura 3.8 Actividad teórica del ^{32}P derivado del azufre comercial 2.

La actividad de saturación se presenta después de 6 vidas medias de irradiación como muestra la figura 3.9, el número radiactivo que se forma es igual al número de núcleos que se desintegran, por lo cual esta es la actividad máxima posible.

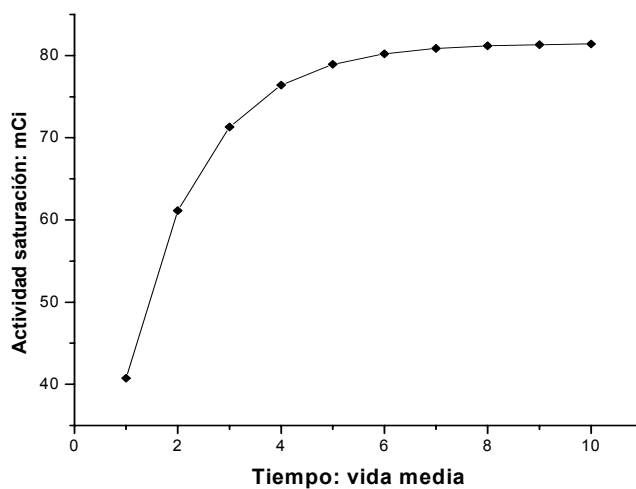


Figura 3.9 Tiempo óptimo de irradiación para ^{32}P .

3.4.4. Encapsulado del azufre.

Se prepararan dos muestras para irradiar bajo el siguiente procedimiento:

- Se pesa la cantidad de cristales de ^{32}S 6.5 g de flor de azufre y 10 g de azufre precipitado en una balanza analítica dentro de un vidrio de reloj.
- Los cristales se depositan en una cápsula de aluminio, (Fig. 3.10) que previamente fue lavada y limpiada con acetona y que sella herméticamente mediante una placa de plástico de alta densidad.
- Para identificar las muestras es necesario asignarles una pequeña marca a cada cápsula para evitar confusiones en el reactor nuclear.
- En un recipiente de unícel se colocan 2 litros aproximadamente de nitrógeno líquido y en un vaso de precipitado 2 litros de agua caliente, y se realiza la prueba de fuga como sigue: se toma una de las muestras con unas pinzas y se ubica dentro del recipiente de nitrógeno por 2 minutos después se saca la cápsula y se coloca en el recipiente de agua caliente provocando un choque térmico que provoca una presión interna que genera un burbujeo si no hay hermeticidad suficiente, para este caso existió un ligero burbujeo que se considera nulo.
- Las cápsulas se limpian con acetona y se colocan en una bolsa de plástico previamente etiquetada para evitar tocarlas y se llevan al reactor nuclear con su solicitud de irradiación (Fig. 11), que indica los parámetros necesarios.

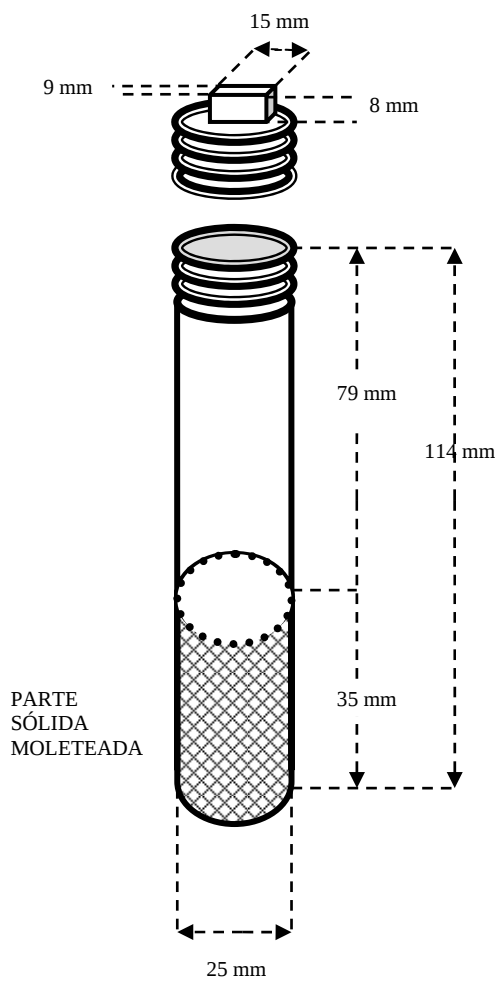


Figura 3.10 Cápsula de aluminio para Irradiación.

NINT

SOLICITUD DE EXPERIMENTO RUTINARIO

DOCUMENTO RUTINARIO 62 CENTRO DE COSTOS MR-001 IRRADIACIONES TOTALES 1 16-05-06
D DEL EXPERIMENTO Irradiación de azufre para obtener Fosforo-32 FECHA:

INSALE DEL PROTECTOR, en C. José L. Reyes SOLICITANTE: Dr. José Alanís M-DISTINO		Materiales Radiactivos
(Nombre, firma y cal.)	(Firma)	(Nombre, firma y cal.)

DE RELACIÓN

[illegible]

CD=Redes central, SMC= Sistema Neumático, SIRC= Sistema Rotatorio, SLP= Sistema Fijo, TD= Tubo seco, CB= Cuarto de Experiencia, CT= Columna Térmica

RESERVACIONES

FP.UR(AD)-4/0/04

Las muestras de azufre (S- α), se irradiaron en el reactor nuclear Triga Mark III (Fig. 3.12) aplicando parámetros diferentes (tabla 3.3) y después de la irradiación se extrajeron del reactor nuclear 24 horas después cuando las cápsulas tenían una

exposición menor de 100 REM, que es una medida de seguridad radiológica; en caso contrario, permanecerían otro periodo dentro del reactor hasta que el material de la cápsula (aluminio) decaiga, y la exposición sea menor.

Muestra	Masa (g)	Tiempo de irradiación (h)	Actividad teórica (mCi)
Azufre precipitado	10	20	33.88
Flor de azufre	6.5	10	13.33

Tabla 3.3 Parámetros de irradiación.



Figura 3.12 Reactor Nuclear.

Al extraer la muestra del reactor esta se introduce dentro de un contenedor de plomo y se toman los índices de exposición, como medida rutinaria de seguridad, como muestra la tabla 3.4.

	Exposición
1 m del contenedor	Exceptuada
Superior del contenedor	4 mR/hr
Inferior del contenedor	6 mR/hr

Tabla 3.4 Exposición de la muestra.

3.4.6. Transporte del blanco.

Para transportar el blanco irradiado del reactor nuclear Triga Mark III a la planta de producción de radioisótopos, es a través de un contenedor de plomo en un carro de transporte, (Fig. 3.13) que además nos facilita el traslado del material, evitar la exposición. El contenedor de plomo nos permite atenuar la radiación beta y Bremsstrahlung de la muestra.



Figura 3.13 Carro de transporte y contenedor de plomo.

3.4.7. Proceso de destilación del fósforo con el equipo propuesto.

La destilación del fósforo-32 obtenido de la irradiación de azufre precipitado y flor de azufre se realizaron con el procedimiento propuesto de la sección 3.3.1, la figura 3.3 y la tabla 3.2 Una vez obtenido el

$\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ se determina la acidez que presenta y se aplica un control de calidad.

3.4.8. Control de calidad al fósforo-32 obtenido.

3.4.8.1. Análisis por coeficiente de atenuación.

Las partículas beta, además de tener masa tienen carga; por este hecho son frenadas con relativa facilidad al interaccionar con la materia. Dicha atenuación varía en forma proporcional a la densidad y/o al espesor del material atenuador y a la energía de la radiación.

El fósforo-32 decae en azufre-32, emitiendo beta puro, de una energía de 1.709 Mev; propiedad que vamos a utilizar para calcular el coeficiente de transmisión de una solución patrón de ^{32}P y compararla con las soluciones de ^{32}P , que se obtuvieron del proceso de destilación provenientes de la irradiación de la flor de azufre y azufre precipitado.

La determinación práctica de la penetración se efectúa montando una fuente radiactiva y un detector de radiación beta a una distancia conocida. A continuación se obtiene la lectura de la intensidad de radiación al interaccionar con un espesor conocido del material en el cual se pretende determinar la penetración misma que será establecida cuando se haya restado el conteo del fondo, tendremos la penetración neta o real. Para este caso utilizamos una placa de aluminio de un espesor másico de $12\text{mg}/\text{cm}^2$.

La solución Patrón (S1), de ^{32}P , fue proporcionada por la UNAM a través de la coordinación del área de Ciencias Nucleares, en

forma química de $\text{H}_3\text{}^{32}\text{PO}_4$ proveniente Inglaterra, a través de la compañía Amershad. La solución original tenía una actividad de 1mCi y fue aforada a 250 ml de los cuales se emplearon 30 ml. Se prepararon previamente 2 muestras de material radiactivo (^{32}P), provenientes de la irradiación de la flor de azufre (S2) y de azufre precipitado (S3) en una solución aforada a 10 ml, en el Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares (ININ); con una actividad aproximada a los $3\mu\text{Ci}$ cada uno y verificada en la cámara de ionización ATOMLAB, (Fig. 3.14).



Figura 3.14 Cámara de ionización.

Las soluciones S2 y S3, se aforan a 30 ml también y se colocaron en vasos de precipitado, perfectamente numeradas. Para calcular el coeficiente de transmisión efectuamos el siguiente procedimiento (Fig. 3.15):

- Activar el equipo analizador que tienen acoplado un Geiger Muller (modelo MS-2) y fijar el voltaje en 900V.
- Colocar la placa de aluminio a una distancia conocida y fijar la muestra radiactiva bajo la misma placa.
- Establecer un periodo de tiempo de conteo que puede ser: 1 segundos 16 10 minutos en el equipo, en este caso el periodo de conteo fue de 10 minutos, para evitar errores estadísticos y poder determinar si existe una impureza radionúclida.
- Una vez terminado este lapso de tiempo, anotar el número de cuentas que se genero durante un periodo mencionado al cual llamaremos A1 y quitar la placa de aluminio y volver a fijar 10 minutos y dejar que el equipo funcione sin absorbedor. Finalmente anotar la lectura que llamaremos A2.
- Para determinar el fondo, se retira el material radiactivo; se establece el mismo periodo (10 mín.) y se deja contar. A la lectura de fondo llamaremos F.
- La lectura real, es:

$$A_{1r} = A_1 - F$$

$$A_{2r} = A_2 - F$$

- Para determinar el **coeficiente de transmisión** de las muestras aplicamos la siguiente formula:

$$\theta_T = \left(\frac{A_{1R}}{A_{2R}} \right) \quad (22)$$

Para establecer el rango aceptable para las muestras S2 y S3, aplicamos la ecuación 23 y 24 a los datos de la muestra patrón.

Los resultados se muestran en la tabla 4.6.

$$\%error = \left(\frac{1}{A_{1R}} + \frac{1}{A_{2R}} \right)^{0.5} \quad (23)$$

$$\phi_{Tr} = \phi_T \pm \% \text{ error} \quad (24)$$

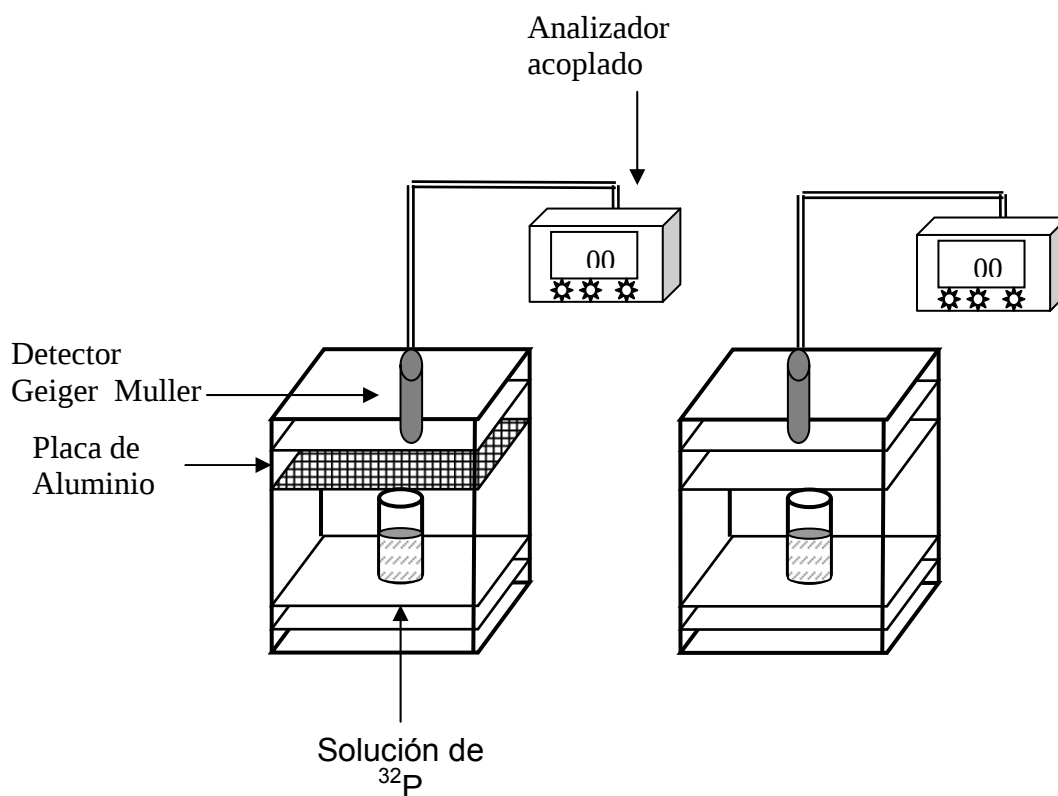


Figura 3.15 Determinación del coeficiente de transmisión.

3.4.8.2. Análisis por Espectrometría Gamma.

Para realizar el análisis del ^{32}P obtenido en el detector de Germanio Hiperpuro en el departamento de Metrología del ININ, es necesario que la muestra tenga una actividad menor a 1 μCi y para ello se preparo la muestra como se indica:

- Con una micropipeta, tomar 4 μL de la muestra de $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ y colocar en un recipiente ámbar con capacidad de 15 ml y aforar a 10 ml, y etiquetamos como solución A.
- Medir la actividad correspondiente a la solución en la cámara de ionización. Si la actividad es mayor a 1 μCi entonces: Tomar 4 μL de la solución A y colocarlos en otro recipiente y aforar a 10 ml. El procedimiento termina cuando se tenga una actividad menor a 1 μCi , ya que ya el frasco se debe considerar como exceptuado para que salga del departamento.

3.4.8.3. Prueba de pirógenos.

Los desechos bacterianos producidos durante la lisis (destrucción celular), y que son de naturaleza lipopolisacarida (endotoxinas) son conocidos como pirógenos; ya que al ser incorporados al torrente sanguíneo de un organismo superior (ser humano o animales), tienen la particularidad de elevar su temperatura basal.

De forma general, todas las endotoxinas bacterianas se pueden considerar pirogénicas, pero no todos los pirógenos son endotoxinas, pues existen otras moléculas o partículas que pueden considerarse como pirógenos como por ejemplo: polvo o partículas suspendidas en el aire o depositadas en las superficies sólidas.

Inicialmente se utilizaron conejos de raza Nueva Zelanda para la realización de la prueba, ya que estos animales muestran una gran sensibilidad a las endotoxinas y muestran su presencia con el aumento de temperatura.

Actualmente la prueba se realiza por medio de un reactivo llamado Lisado de Amebocitos de Limulus (LAL) que se obtuvo del cangrejo cacerola, el cual en presencia de endotoxinas bacterianas y ciertas condiciones de temperatura (37 °C) y iones Ca^{+2} presentan una reacción de polimerización que termina en la formación de un gel. La prueba se realiza en la mezcla de volúmenes iguales del reactivo LAL con la muestra a analizar durante 1 h a 37 °C y verificar si hubo formación de gel y esto indicaría la presencia de pirógenos.

Las soluciones inyectables deben estar libres de pirógenos para evitar efectos dañinos a la salud. La FARMACOPEA indica que los productos deben tener menos de 175 UE/ ml (UE: unidades de endotoxina)⁽¹⁶⁾.

La prueba LAL indica una sensibilidad de 0.125 UE/ml

Pruebas:

- 1) $0.125 \times 7 = 0.875$ UE/vial (sin diluir)
- 2) $0.125 \times 10 = 8.75$ UE/vial (1:10)
- 3) $0.125 \times 100 = 87.5$ UE/ vial (1:100)
- 4) $0.125 \times 200 = 175$ UE/ vial (1:200)

En la prueba 1 se reconstituye la prueba con agua hasta 7 ml para que pueda aplicarse, (se agrega agua hasta el momento de aprovecharse para evitar su descomposición). Si la prueba indica pirógenos, se realiza la siguiente prueba hasta que se evidencie la presencia o la ausencia de pirógenos (175 UE/ vial).⁽¹⁵⁾

CAPITULO 4

ANÁLISIS Y RESULTADOS

4.1. ANÁLISIS DEL AZUFRE MEDIANTE MEB ALTO Y BAJO VACÍO.

4.1.1. Análisis de flor de azufre.

4.1.1.1 MEB alto vacío.

El análisis de la flor de azufre, indica que tiene una morfología heterogénea que se diferencia por sus colores, en partículas claras y partículas oscuras. El análisis químico se ha seccionado según el color y el tamaño de las partículas que en la tabla 4.1 se presentan con composiciones muy diversas. Debido a la estructura (Fig. 4.1) se ha omitido a las partículas claras para determinar el tamaño de grano ya que forman conglomerados; el tamaño de grano para las partículas oscuras tienen una media en el eje X de 80.577 μm y en el eje Y de 95.72 μm .

	Partículas claras		Partículas oscuras		General	
Elemento	% Peso	%Atómico	% Peso	%Atómico	% Peso	%Atómico
Oxigeno	16.61	28.44	40.13	54.48	21.01	34.57
Silicio	2.64	2.57	48.11	37.2	5.1	4.78
Azufre	80.75	68.99	10.4	7.05	73.89	60.65
Sodio			1.35	1.28		

Tabla 4.1 Análisis químico de la flor de azufre.

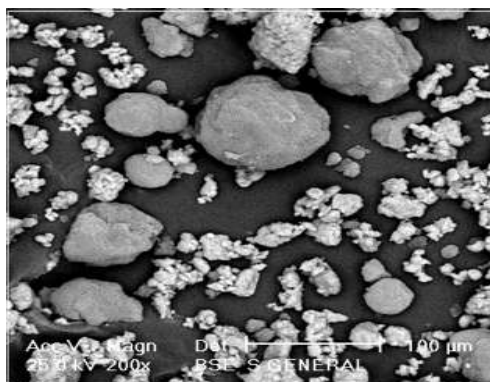


Figura 4.1 Micrografía del azufre comercial en alto vacío.

4.1.1.2. MEB bajo vacío.

La morfología de la flor de azufre es heterogénea, forma cadenas largas (figura 4.2), mediante esta técnica no es posible aproximar el tamaño de grano y por el análisis químico (Tabla 4.2), se detecta O, Si y S. Debido al bajo vacío se detectan cantidades colosales de oxígeno, por eso se ha omitido del análisis.

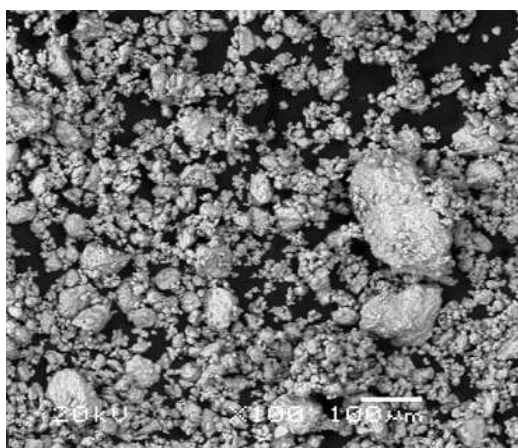


Figura 4.2 Micrografía de la flor de azufre en bajo vacío.

MEB bajo vacío		
Elemento	% Peso	% Atómico
Silicio	0.3202	0.3654
Azufre	99.6797	99.6345

Tabla 4.2 Análisis químico de la flor de azufre en MEB bajo vacío.

4.1.2. Análisis del azufre precipitado.

4.1.2.1 MEB alto vacío.

El azufre precipitado, presenta una morfología heterogénea de color uniforme, (Fig. 4.3); al excluir las partículas minúsculas de la muestra, podemos determinar el tamaño de grano, que corresponde a una media de 15.84 μm en el eje X y 21.36 μm en

el eje Y. El azufre precipitado por medio de esta técnica no detecta ningún elemento ajeno al azufre como muestra la tabla 4.3.

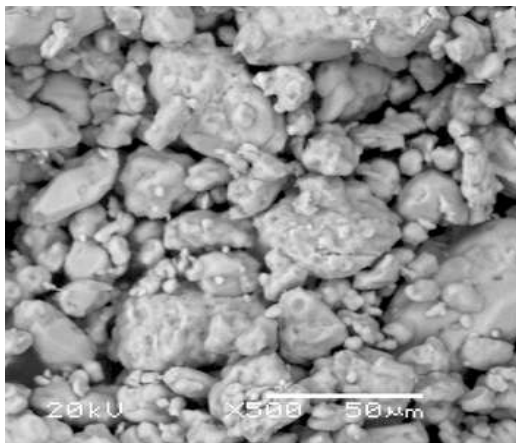


Figura 4.3 Micrografía del azufre precipitado en alto vacío

MEB alto vacío		
Elemento	% Peso	% Atómico
Oxígeno	12.79	22.72
Azufre	87.21	77.28

Tabla 4.3 Análisis químico del azufre precipitado

4.1.2.2. MEB bajo vacío.

Debido a que la técnica de MEB de bajo vacío es especial para muestras no conductoras como es el caso del azufre, la técnica presenta una mayor sensibilidad, por lo que en el análisis químico se logra detectar silicio (Tabla 4.4). La morfología del azufre precipitado es diversa y de color homogéneo (Fig. 4.4).

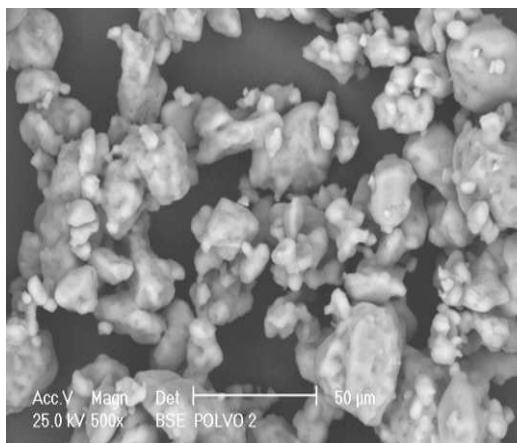


Figura 4.4 Micrografía del azufre precipitado en bajo vacío

MEB bajo vacío		
Elemento	% Peso	% Atómico
Silicio	0.2746	0.3134
Azufre	99.72	99.686

Tabla 4.4 Análisis químico del azufre precipitado en MEB bajo vacío.

4.2. ANÁLISIS DEL AZUFRE PURIFICADO POR LAS TÉCNICAS DE MEB Y DRX.

4.2.1. Análisis de la flor de azufre purificado.

4.2.1.1. MEB alto vacío.

La técnica de MEB en alto nos permite detectar cuantitativamente elementos presentes arriba de 100 ppm, los análisis químicos de la muestra purificada según la figura 4.5, evidencian que los cristales de flor de azufre ya no contienen impurezas o han quedado a un nivel no detectable.

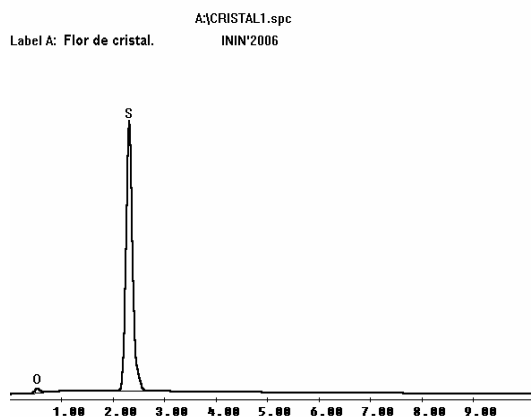


Figura 4.5 Flor de azufre cristalizado.

La materia prima tiene color uniforme, morfología variable y tamaño de grano diverso (Fig. 4.6); pero omitiendo las partículas minúsculas se presenta un tamaño medio de grano de: 12.55 μm para el eje X y 15.51 μm . para el eje Y.

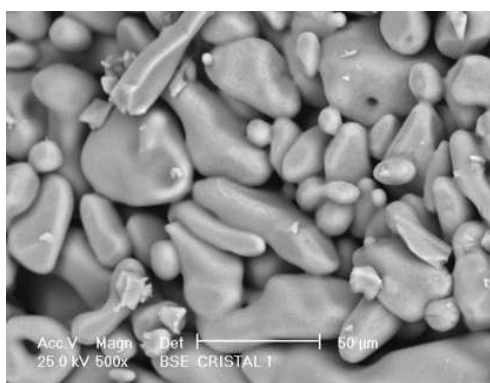


Figura 4.6 Flor de azufre cristalizado en alto vacío.

4.2.1.2 MEB bajo vacío.

Los cristales obtenidos ya no contienen impurezas a un nivel detectable, ya que solo se ha identificado azufre, como muestra la siguiente figura:

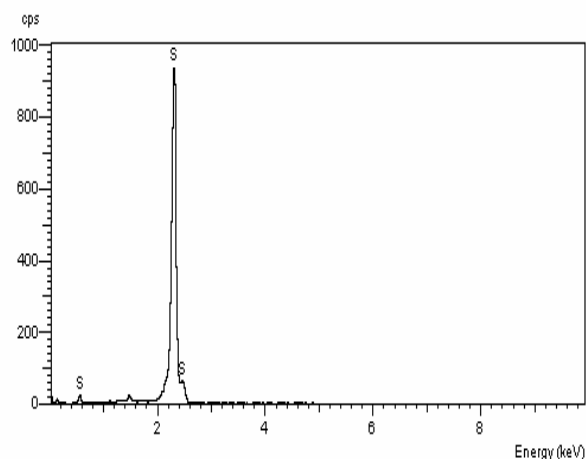


Figura 4.7 Cristales de flor de azufre en bajo vacío.

La morfología de los cristales es diversa de color homogéneo como muestra la figura 4.8:

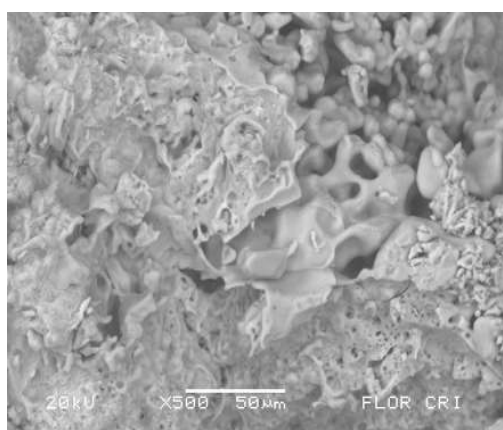


Figura 4.8 Flor de azufre cristalizado.

4.2.2. Análisis del azufre precipitado purificado.

4.2.2.1. MEB alto vacío.

El análisis químico de la figura 4.9 demuestra que la técnica de purificación ha sido eficaz ya que no ha sido posible detectar impurezas en la muestra.

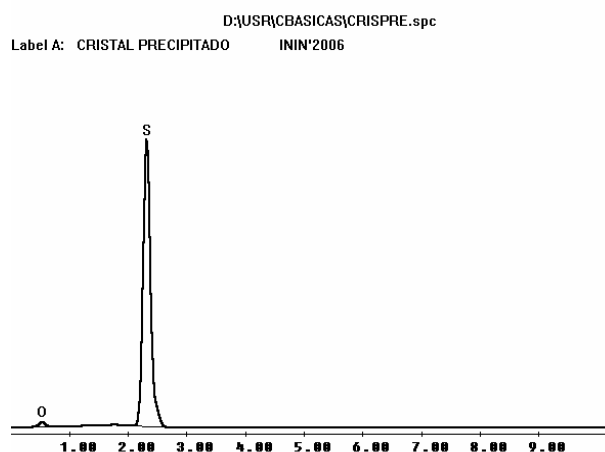


Figura 4.9 Espectro de cristales de azufre precipitado.

El azufre precipitado después de la purificación toma una morfología rómbica característica del azufre alfa de un color uniforme y por lo cual no es posible aproximar el tamaño de grano, (Figura 4.10).

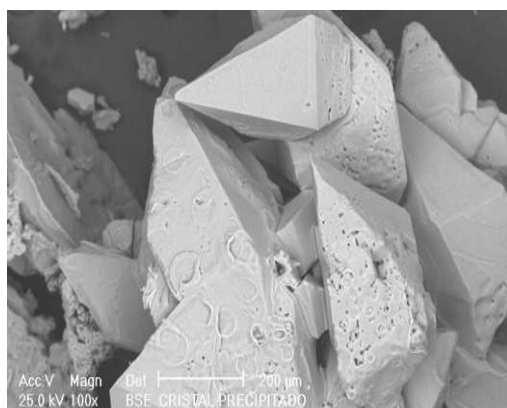


Figura 4.10 Cristales de azufre precipitado.

4.2.2.2. MEB bajo vacío.

El análisis para los cristales de azufre precipitado en bajo vacío (Fig. 4.11), demuestran que no hay impurezas y solo se tiene presente azufre.

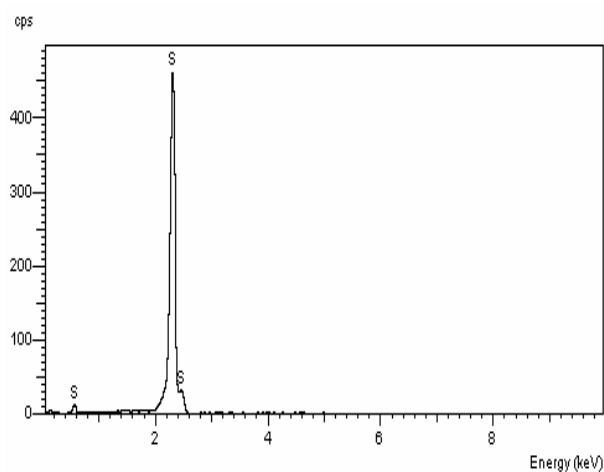


Figura 4.11 Espectro de cristales de azufre precipitado.

La morfología de estos cristales es diversa tiene un color uniforme como muestra la consecutiva figura:

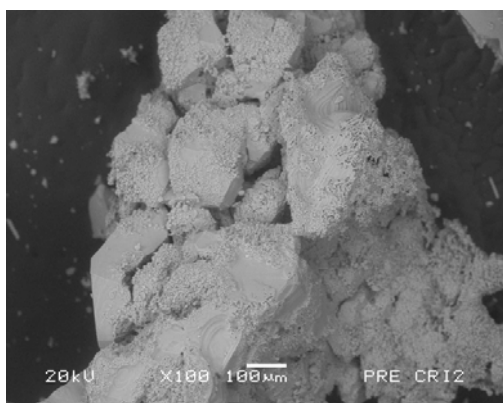


Figura 4.12 Cristales de azufre precipitado.

4.3. ANÁLISIS DEL AZUFRE POR DRX.

En el azufre comercial y purificado no se detectó ningún elemento ajeno al azufre alfa (Fig. 4.13).

En el caso de sodio la probabilidad de detectarlo se limita al 4% en peso presente del mismo, y como nos indica la tabla 4.1, el sodio tiene un porcentaje debajo de la restricción mencionada; y respecto al silicio, no fue posible detectarlo debido a que este elemento no esta presente en forma cristalina es decir, es amorfa.

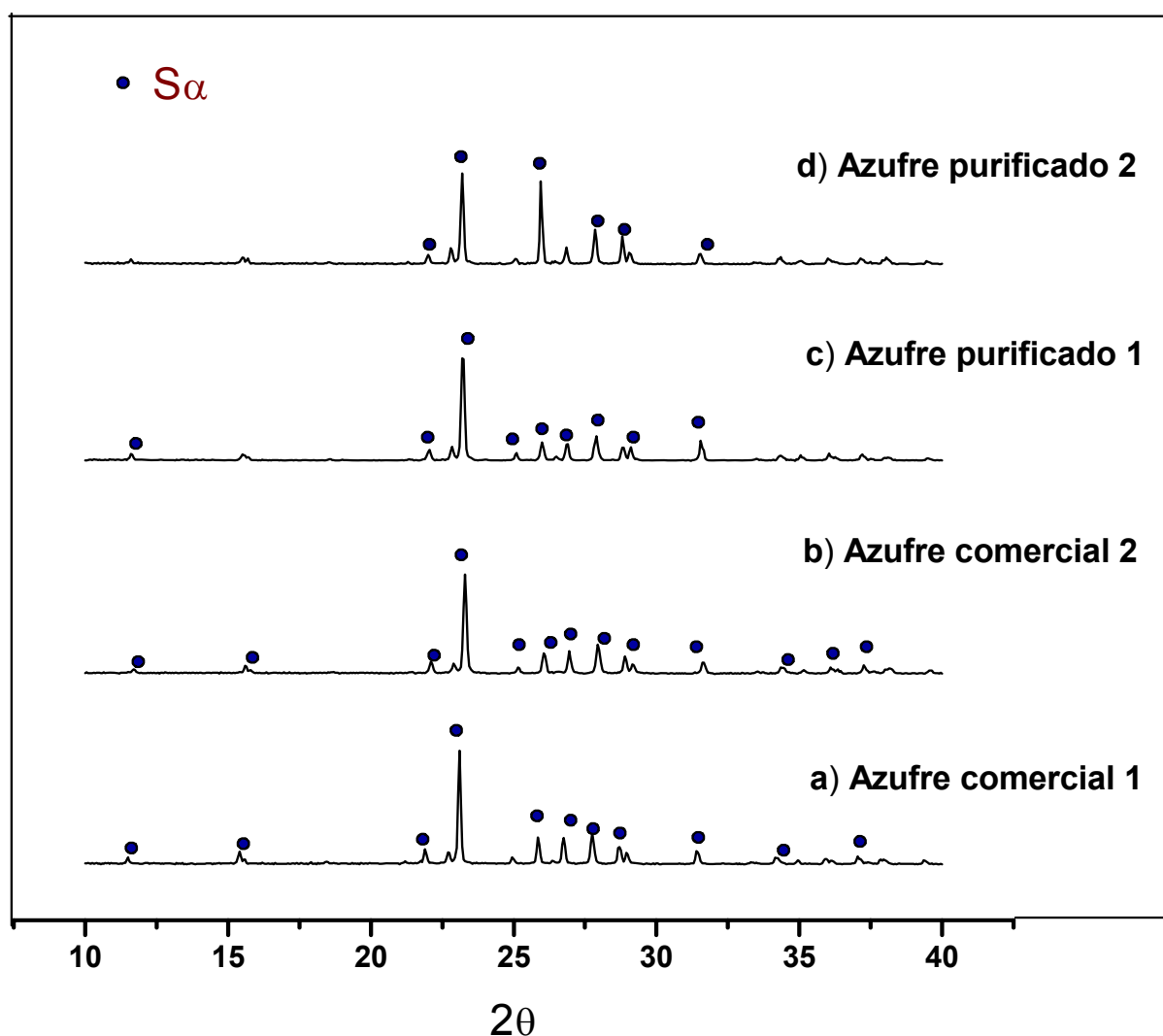


Figura 4.13 Espectro de rayos X para el azufre.

4.4. PRUEBAS DESTILACIÓN DEL FÓSFORO-32.

Para realizar las pruebas de obtención de ^{32}P se utilizo el procedimiento propuesto (3.4.1) aplicando los parámetros de la tabla 4.5:

1ª Prueba: Obtención de fósforo-32 a partir de azufre precipitado.

Para separar el azufre precipitado irradiado del ^{32}P , se destilo a $450 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, ya que la transferencia de calor no es uniforme, es decir, se pierde energía por la ubicación del termopar, no entra totalmente en el horno y la separación se efectuó en 1.45 h posteriormente se bajo la temperatura a $110 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$; el intervalo para bajar a esta temperatura es de 0.3 h y se adiciona HCL, el tiempo de reacción es de 1.5 h y posteriormente se obtiene el producto en forma química de $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$. La acidez con que sale este producto es de 1 en el peachimetro.

2ª Prueba: Obtención de fósforo-32 a partir de flor de azufre.

La segunda destilación se realizo con flor de azufre irradiado, en la primera etapa (0.83 h), la temperatura del controlador estuvo en $430 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, en la segunda etapa, la temperatura descendió a $395 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ y la tercera etapa la destilación termino en $410 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, el tiempo para descender la temperatura a $110 \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ fue de 0.5 h y se dejo reaccionar el HCl con el ^{32}P durante 1.5 h pero el producto se recupero 1 día después, por lo cual se especula que al aumentar el tiempo de reacción se enriquece la actividad del producto como es posible comparar en la tabla 4.5 la actividad experimental es muy contigua pero la actividad teórica (Tabla 3.3) es muy diferente entre si. Por lo cuál es posible afirmar que el tiempo de contacto entre el acido y el ^{32}P debe de ser mayor. La acidez de este producto también es de 1.

Muestra	Masa (g)	Tiempo de irradiación (h)	Actividad experimental (μCi)
Azufre precipitado	10	20	786
Flor de azufre	6.5	10	620

Tabla 4.5 Parámetros experimentales de irradiación

Una vez culminada la separación radioquímica y recuperado el producto; el proceso de la figura 4.14 muestra que en el receptor (R-1) se genero azufre plástico (Azufre que experimenta un choque térmico: de alta a baja temperatura)



Figura 4.14 Caja de Guantes después de la destilación.

Una forma de verificar que tenemos presente ^{32}P es calcular el decaimiento del material radiactivo utilizando la ecuación 17 y comparar con el decaimiento experimental medido en la cámara de ionización ATOMLAB. Si gráficamente se sobrepone el comportamiento teórico con el experimental es evidente que esta presente ^{32}P . Pero en la realidad experimentalmente se cometen errores humanos, en el momento de leer la cámara de ionización; en el equipo debido a que se miden otros radioisótopos (^{99}Mo , ^{201}Tl , ^{99}Tc , etc) y por ende aumenta la lectura del fondo, etc.

Para determinar los puntos experimentales, se procede como sigue:

1. Dentro del menú de la cámara de ionización ATOMLAB, se elige el radioisótopo a medir, en este caso ^{32}P y se saca la canastilla o porta muestra del equipo.
2. Se introduce la muestra en la canastilla y se coloca dentro del equipo.
3. Se toma 1 lectura de la actividad cada 10 segundos y un total de 10 lecturas, como :

Día:_____ Hora:_____ Actividad:_____

4. Se saca la muestra radiactiva y se almacena.
5. Se deja contar al equipo sin muestra para determinar el fondo y se toman 10 lecturas de la actividad, 1 cada 10 s.
6. Se saca un promedio de la actividad de la muestra ($\vec{M}$) y del fondo ($\vec{F}$).

La lectura real (Mr) es:

$$Mr = \vec{M} - \vec{F} \quad (25)$$

De esta manera, se obtuvieron los puntos experimentales de las graficas de las figuras 4.15 y 4.16.

Los puntos teóricos se obtienen con la ecuación 17, normalmente la actividad inicial se obtiene por medio de un patrón de ^{32}P que ya tiene una actividad conocida y que se compara con la muestra problema, pero debido a la ausencia de un patrón, la actividad inicial teórica se tomo como la primera actividad experimental y así se realizaron los cálculos.

Las figuras 4.15 y 4.16 presentan un desfaseamiento entre el comportamiento teórico y el experimental debido a los errores mencionados con anterioridad y la distancia entre una grafica y otra podría indicar la presencia de algún material radiactivo diferente de ^{32}P .

Los análisis de control de calidad podrán precisar que tenemos presente en las muestras.

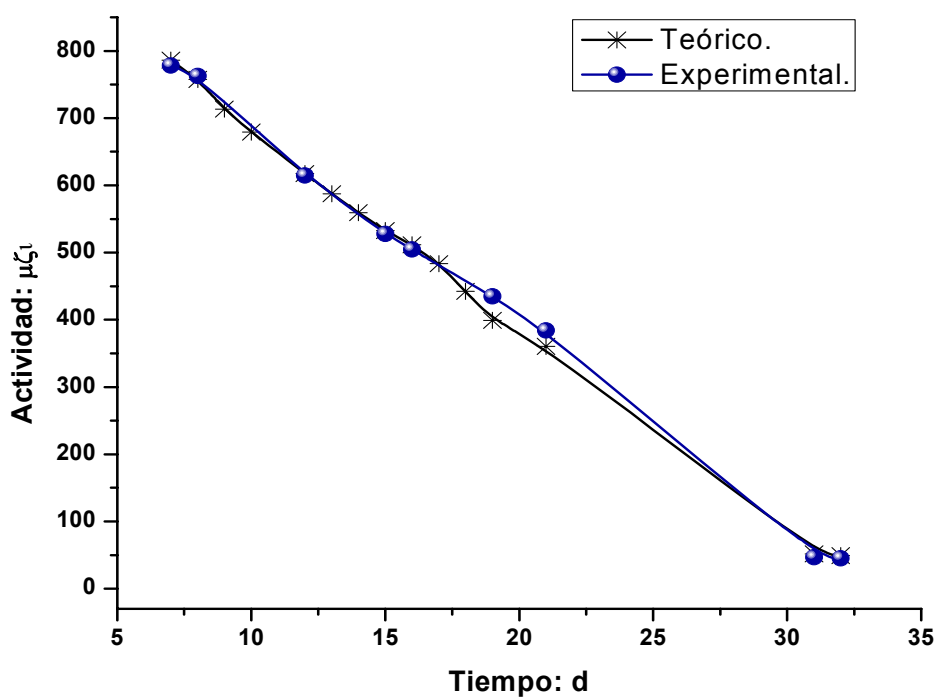


Figura 4.15 Decaimiento del ^{32}P proveniente del azufre precipitado.

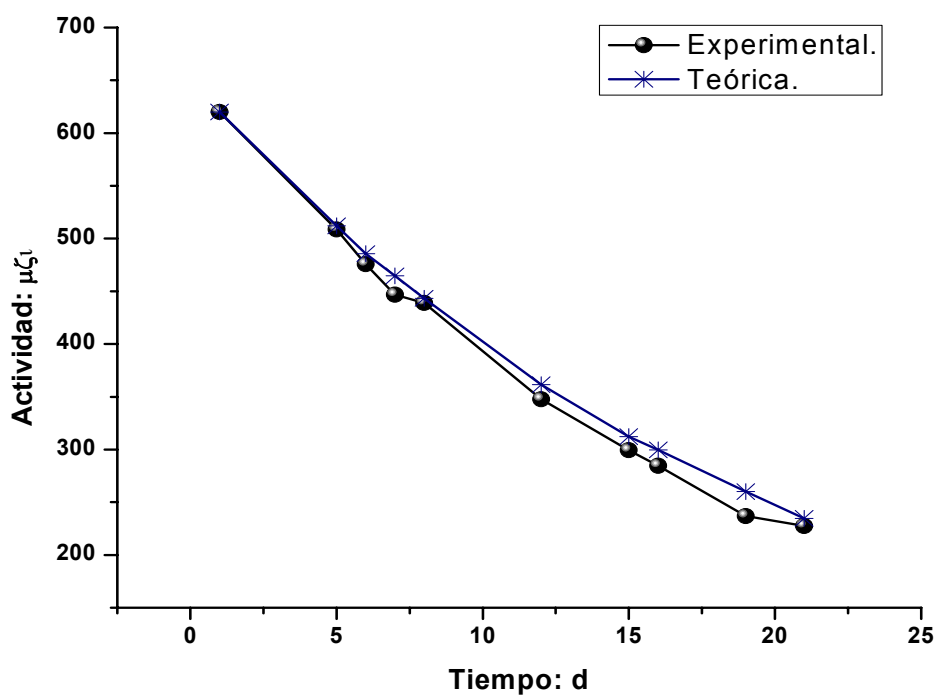


Figura 4.16 Decaimiento del ^{32}P proveniente de la flor de azufre.**4.5. CONTROL DE CALIDAD.****4.5.1. Coeficiente de atenuación.**

Por medio del coeficiente de atenuación se mide la energía de las partículas que emiten los radionúclidos cuando están decayendo, esa energía es característica de especie radiactiva, en la tabla 2.5, podemos ver las propiedades del ^{32}P .

Dado que la energía es característica, la solución patrón y las soluciones S2 y S3 provenientes del azufre comercial deben emitir energías muy aproximadas entre si para que pueda considerarse que se tiene ^{32}P .

El rango del coeficiente de atenuación para la solución patrón se establece en la tabla 4.6 y numéricamente las soluciones son aceptables, lo cual indica que efectivamente esta presente ^{32}P .

	Coeficiente de atenuación
Patrón	0.585-0.541
$^{32}\text{P}_1$ (proveniente de S2)	0.559
$^{32}\text{P}_2$ (proveniente de S3)	0.556

Tabla 4.6 Análisis por coeficiente de transmisión

4.5.2. Espectrometría Gamma.

Para examinar la muestra se coloca dentro de la cámara del detector de Germanio Hiperpuro y se deja contar durante 250,000 segundos, en la región del espectro de 75-2618 KeV y se genera el espectro de la muestra, previamente se ha dejado el equipo contando sin muestra durante el mismo periodo, esto nos genera el espectro del fondo, (Fig. 4.17).

Para detectar los radioisótopos emisores de radiación gamma se identifican los picos característicos del espectro por medio de una biblioteca de datos que ya contiene el programa, normalmente primero se identifican los radionúclidos naturales (^{40}K , ^{214}Bi , ^{235}U , etc.) y después otros picos, posteriormente al espectro de la muestra (Fig. 4.18) le restamos el espectro del fondo.

En este caso en el espectro de la muestra no se identifica ningún radionúclido emisor gamma que no sea natural y en el espectro de fondo tampoco, por lo tanto, los espectros quedan sobrepuestos lo que el equipo reporta como “**aniquilación**” y no hay ningún otro pico característico.

Por medio del reporte de la Figura 4.19, se corrobora que no hay contaminación de origen gamma.

Quantum X Report
 Friday 9 de June de 2006
 Spectrum Plot Routine

ID(1): FONDO JUNIO 2006
 File(1): JUN2006.ANS Date: 02-Jun-06 11:38:14 LT: 250,000.00 RT: 250,081.32

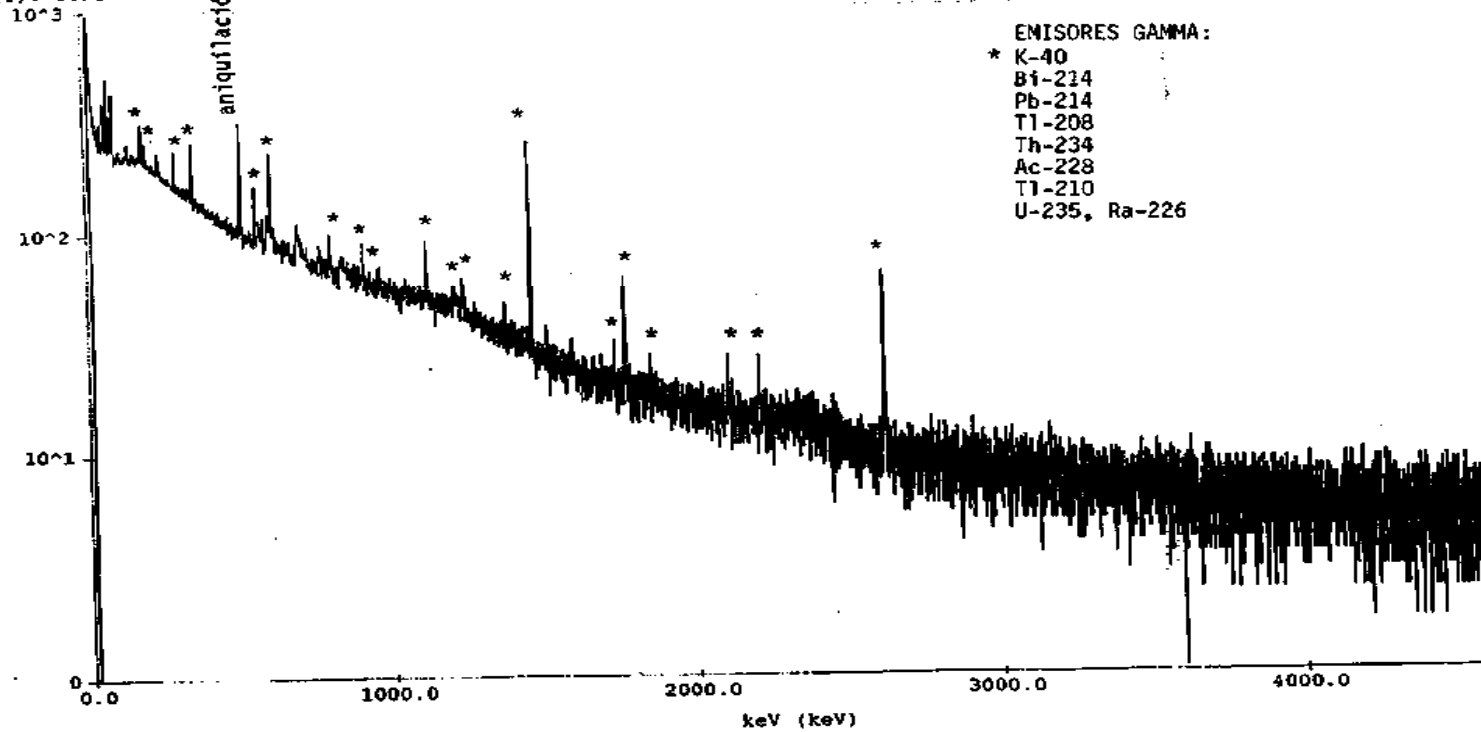


Figura 4.17 Espectro de fondo.

Quantum X Report
Friday 9 de June de 2006

Spectrum Plot Routine

ID(2): MUESTRA DE FOSFORO PARA IMPUREZAS GAMMA
File(2): P32PRI.ANS Date: 02-Jun-06 15:02:20

LT: 250,000.00 RT: 250,083.75

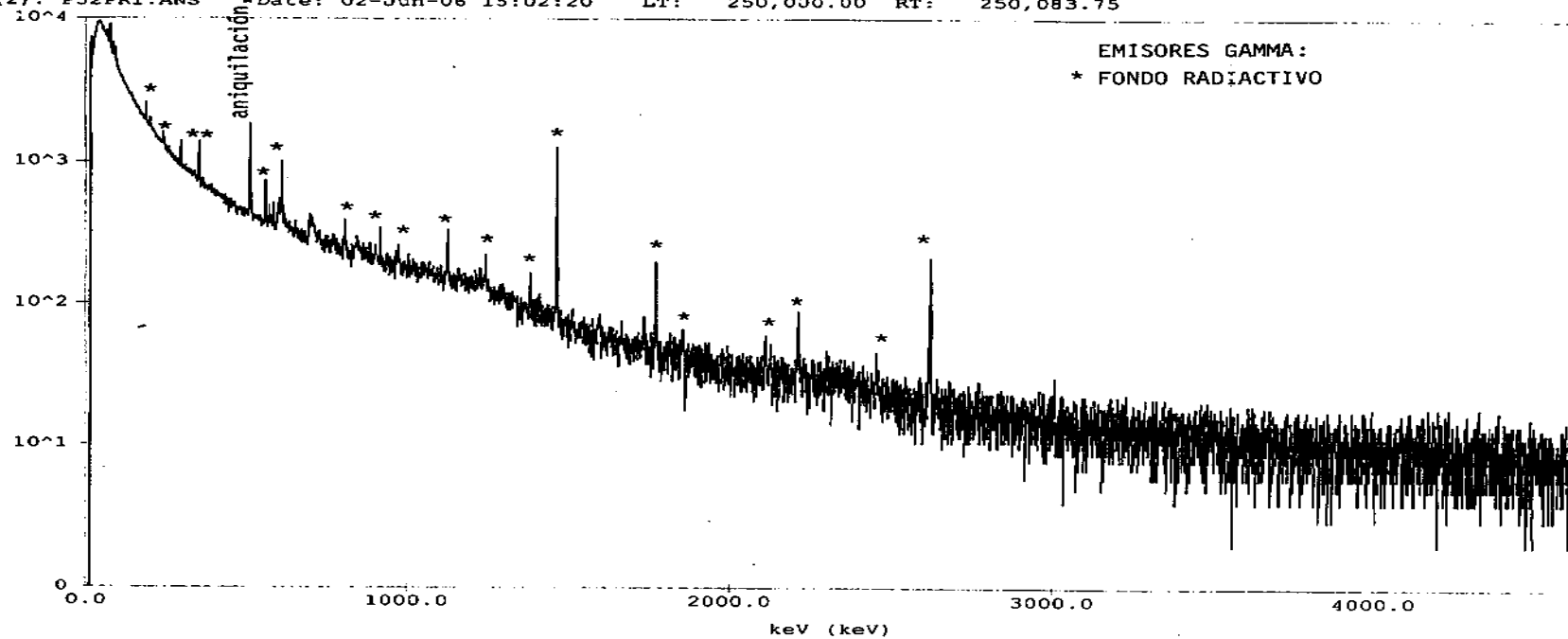


Figura 4.18 Espectro de ^{32}P .




ININ

**DEPARTAMENTO DE METROLOGIA
LABORATORIO DE PATRONES RADIATIVOS
ME-LPR**

ANÁLISIS CUALITATIVO DE FUENTE RADIATIVA

TIPO DE FUENTE: LIQUIDA EN FRASCO

N° DE INFORME: LPR/014/06 LPR No. 018/06
 Fecha de emisión: 29 DE JUNIO DE 2006

USUARIO: Departamento de Materiales Radiactivos. Gerencia Aplicaciones Nucleares en la Salud. ININ.
 DOMICILIO: Carretera México-Toluca s/n, La Marquesa. Ocoyoacac.
 C.P.: 52750. TELEFONO: 53297255
 ESTADO: EDOMEX.

Descripción de la fuente: Frasco de polietileno con tapón de rosca, con solución radiactiva de P-32. La fuente fue analizada como fue entregada por el usuario.

A petición del usuario, se requiere determinar si en la misma hay impurezas radiactivas emisoras gamma. La muestra se contó durante 250, 000 segundos. Se analizó la región del espectro de 75 – 2618 KeV y en contraste con el espectro de un fondo radiactivo del área de conteo, se concluye que en la muestra de fósforo no hay impurezas radiactivas emisoras gamma en la región analizada diferentes al fondo radiactivo.

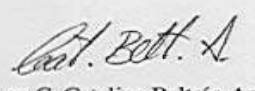
Se anexa espectro de la muestra.

Procedimiento utilizado en la calibración: P.LPR-01 .
 Método: La muestra se midió en detector de Ge H.P. , modelo CNVDS30-30180, n/s 2500.

IMPORTANTE: Este certificado perderá su validez y respaldo del Laboratorio de Patrones Radiactivos si presenta tachaduras, enmiendas o alteraciones en los resultados emitidos por el responsable de la calibración. Este certificado se refiere exclusivamente a la fuente calibrada y no puede ser reproducido en forma parcial o total sin la previa autorización del ININ.


 Fis. Víctor M. Tovar Muñoz
 Jefe del Departamento de
 Metrología.


 M. en C. Olga Celia García Díaz
 Encargada del Laboratorio de Patrones
 Radiactivos


 M. en C. Catalina Beltrán Arias

HOJA 1 DE 1

Centro Nuclear "Nabor Carrillo", Carretera México-Toluca s/n, La Marquesa. Ocoyoacac, México. Tel. 5329 7255, FAX 5329 7302.

Figura 4.19 Reporte de la muestra de ^{32}P .

4.6.3 Prueba de pirógenos.

Después del periodo de incubación para las muestras se obtuvieron los siguientes resultados:

Muestra:	Resultado:
^{32}P (azufre precip.)	<12.5 UE/ ml
^{32}P (flor de azufre)	<12.5 UE/ ml

Tabla 4.7 Cuantificación de los pirógenos

Por lo tanto, el ^{32}P es estéril y apirogénico, ya que tiene menos de 175 UE/ ml lo cual nos garantiza que no habrá efectos secundarios al introducir este producto en el torrente sanguíneo.

CONCLUSIONES

- 🚦 Mediante la cristalización aplicada al azufre comercial se logra remover a un nivel no detectable el silicio. La técnica de análisis de MEB, indica que las impurezas de silicio (% atómico= 4.78 en alto vacío), que presenta la flor de azufre y el azufre precipitado (0.3134% atómico bajo vacío), han sido erradicadas; logrando obtener una forma cristalina de $S\alpha$, que se corrobora con los análisis de DRX.
- 🚦 Con las modificaciones sustanciales aplicadas al proceso de destilación, donde se realiza la separación radioquímica del azufre irradiado del fósforo-32 se logra obtener el ^{32}P como producto con una alta pureza, en una forma química de $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ y el equipo queda en condiciones optimas de operación, ya que se trabajan bajas actividades y el equipo no se utiliza frecuentemente, por lo tanto, no hay necesidad de restaurar o cambiar algunos componentes.
- 🚦 Por medio de la prueba de calidad del coeficiente de atenuación queda demostrado que el ^{32}P que se obtiene de la irradiación de la flor de azufre: $\phi_T=0.559$ y $\phi_T=0.556$ para la irradiación del azufre precipitado en el ININ, tiene propiedades semejantes al ^{32}P que se utilizo como patrón y este indica un rango de aceptación para el coeficiente de transmisión de $\phi_T=0.541-0.585$; por lo tanto, numéricamente el ^{32}P esta dentro del intervalo establecido.
- 🚦 La prueba de espectrometría gamma demuestra que la muestra analizada de ^{32}P no esta decayendo emitiendo radiación gamma, es decir, no contiene ningún radioisótopo que decaiga por rayos gamma, ya que el reporte del laboratorio de Metrología solo detecto un fondo radiactivo del mismo equipo.

- ✚ Mediante la prueba de pirógenos se demuestra que el ^{32}P puede ser empleado sin producir reacciones secundarias en el ser humano ya que es un producto apirogénico.
- ✚ Después de analizar las pruebas de calidad que se aplicaron al ^{32}P se observa que los resultados de la materia prima de flor de azufre y azufre precipitado se asemejan, sin embargo, por su composición inicial sería más conveniente trabajar con azufre precipitado ya que su análisis por la técnica de MEB alto vacío y DRX indican que está menos contaminado que la flor de azufre.
- ✚ Al observar la actividad experimental, podemos verificar que el tiempo de contacto entre el ^{32}P y el HCl, es determinante en la actividad final del ^{32}P , ya que esta puede modificarse notablemente; la actividad de la flor de azufre irradiado (620 μCi) alcanza una actividad próxima al azufre precipitado irradiado (786 μCi), pese a que el tiempo y la masa de irradiación son mayores para el azufre precipitado y en teoría debería ser muy inferior para la flor de azufre y esto se puede verificar en los parámetros de irradiación.
- ✚ El azufre irradiado queda adherido a las paredes del receptor R-1, después de la separación radioquímica entre el azufre irradiado y el ^{32}P , ya que el azufre irradiado cambia de una estructura S- α , a un azufre plástico por efecto de un choque térmico al salir del reactor H-1.
- ✚ El azufre irradiado que se encuentra en el receptor R-1, puede ser rehusado ya que actualmente se alcanzan actividades bajas y el equipo no queda contaminado por lo tanto, basta un tiempo en que el azufre deja de ser radiactivo debido a un decaimiento para utilizarse sin ningún contratiempo y con ello se evita la irradiación innecesaria del operador.

RECOMENDACIONES

El ^{32}P , queda adherido a las paredes del reactor H-1, y la tapa de inyección de HCl (TA-1), toca el fondo del reactor, por lo cual es necesario modificar el diseño de la tapa de inyección para que el HCL puede deslizarse a través de las paredes y se recupere mayor cantidad de ^{32}P , y por ende aumentaría la actividad que se obtiene actualmente.

Dado que el azufre cambia su estructura después de la separación radioquímica ocasionando una incrustación a las paredes del receptor R-1, es necesario indagar un reactivo que sea muy soluble para evitar el cambio de estructura y por lo tanto, la sedimentación sobre el vidrio del recipiente.

Para mejorar la calidad del producto $\text{H}_3^{32}\text{PO}_4$ podría utilizarse $\text{S}\alpha$ grado reactivo, que teóricamente tiene una alta pureza y por lo tanto se evitaría la producción de alguna reacción secundaria pero también es preciso realizar un análisis de costo-beneficio.

La posición actual de irradiación es SIFCA, en donde el flujo de neutrones es bajo, y por lo tanto, las actividades obtenidas de las muestras son pequeñas; por lo tanto, la posición de irradiación dentro del reactor nuclear TRIGA MARK III, es un factor determinante en la actividad de la muestra; por lo cual, es más productivo irradiar en la posición del dedal central del reactor nuclear, en donde el flujo de neutrones es mucho mayor que en cualquier otra posición y por ende aumentaría la actividad del producto, en forma proporcional al flujo de neutrones.

Si se pretende producir ^{32}P a un nivel industrial es necesario considerar los siguientes factores:

1. Las capsulas actuales donde se irradia el azufre (S- α), son de aluminio pero se desconoce la composición del mismo, por lo tanto, cuando se irradia en el reactor nuclear se alcanza un nivel de exposición mayor a 100 REM y la capsula tiene que permanecer un periodo dentro del reactor (normalmente 1 día) por lo cual es necesario que el aluminio con que se elaboran las capsulas tengan una alta pureza para evitar que sus contaminantes se activen y con ello se limitaría el tiempo muerto.
2. Actualmente el ^{32}P , se comercializa en una forma química de Na_2HPO_4 (fosfato de sodio), por lo cual es necesario neutralizar con NaOH hasta el PH de 2 que marca la FARMACOPEA.
3. Para mejorar la calidad del producto es necesario que después de la separación radioquímica el ^{32}P pase por una columna de silica-gel o alguna otra resina que por su afinidad con algún radioisótopo lo contenga y por ende aumentaría la pureza radioquímica del ^{32}P .

BIBLIOGRAFÍA

- (1) Bulbulian Silvia, “La radiactividad y algunas de sus aplicaciones” Ed. ININ, México, D. F., (1982).
- (2) Navarrete M. Y Cabrera L., “Introducción al estudio de los radioisótopos”, México D. F. (1979).
- (3) Manual de protección radiológica, Ed. ININ, México, D. F.
- (4) Yacamán José, “Microscopia Electrónica, una visión al microcosmos” Ed. Fondo de cultura económica, México, (1995).
- (5) Willard, “Métodos instrumentales de análisis”, Ed. CECSA, México, (1990).
- (6) Technical reports series No. 128, “Radioisotope production and quality control”, Ed. International Atomic Energy Agency, Vienna (1971).
- (7) Duarte C. Diseño y construcción para un prototipo para la obtención de ^{32}P . Tesis I. T. T. (2003).
- (8) Carrión Francisco, Un sistema practico para la medición de flujos en un reactor. Tesis I. P. N. (1980).
- (9)) Tait W. H., Radiation detection, Ed. Butterworth, London,(1980).
- (10) Knoll F., Radiation detection and measurement, Ed. Jonh Wiley & Sons, Toronto, (1989).

(11) Kirt-Othmer, *Encyclopedia of chemical technology*, Vol. 22, New York, (1975).

(12) Chang R., *Química* Ed. Mc Graw Hill, México, D. F. (2000).

(13) *Health Physics and Radiological Health Handbook*, Ed. Bernard Shleien, USA, (1992).

(14) Ponce M. Antonio. "El reactor Triga Mark III del centro nuclear de México" Ed. ININ, México, D.F., (1980).

(15) Weary, M. E. "Understanding and setting endotoxin limits." *Parent. Sci. & Tech.*, 44:1, p.13 (1990)

(16) FEUM, 8ª ed., Vol. 1, México, (2004).

(A) <http://sothernradiation.com/conversion.htm/>

(B) http://www.sagan-gea.org/hojared_radiacion/paginas/Trazadores.html

APÉNDICE

Apéndice 1. Ficha toxicológica de los reactivos.

Azufre (S):

1. Identificación de peligros:

Producto no peligroso según la directiva 67/548/CEE

2. Primeros auxilios:

Tras inhalación: aire fresco

Tras contacto con la piel: lavar con abundante agua. En caso, de ropa contaminada retirarla.

Tras contacto con los ojos: lavar con abundante agua con los parpados abiertos.

Tras ingestión: tomar abundante agua. En caso de malestar consultar al medico.

3. Medidas a tomar en caso de vertido accidental:

Mediadas de precaución relativas a las personas: Evitar contacto con la sustancia. No inhalar los vapores/aerosoles.

Procedimiento de recogida/limpieza: recoger con material absorbente y neutralizante.

4. Manipulación y almacenamiento:

Manipulación: sin exigencias.

Almacenamiento: bien cerrado y seco.

5. Controles de exposición/protección personal:

Protección personal:

Los tipos auxiliares de protección al cuerpo deben elegirse según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa.

Protección respiratoria: necesaria en presencia de polvos.

Protección de ojos: precisa

Protección de manos: para contacto pleno, guantes de caucho nitrilo.

Ácido clorhídrico (HCl):

1. Identificación de peligros:

Producto no peligroso según la directiva 67/548/CEE

2. Primeros auxilios:

Tras inhalación: aire fresco

Tras contacto con la piel: lavar con abundante agua. En caso, de ropa contaminada retirarla.

Tras contacto con los ojos: lavar con abundante agua con los parpados abiertos.

Tras ingestión: tomar abundante agua. En caso de malestar consultar al medico.

3. Medidas a tomar en caso de vertido accidental:

Mediadas de precaución relativas a las personas:

Procedimiento de recogida/limpieza:

4. Manipulación y almacenamiento:

Manipulación: sin exigencias.

Almacenamiento: bien cerrado de +15 °C a +25 °C.

Evitar recipientes metálicos.

5. Controles de exposición/protección personal:

Protección personal:

Los tipos auxiliares de protección al cuerpo deben elegirse según el puesto de trabajo en función de la concentración y cantidad de la sustancia peligrosa.

Protección respiratoria: Necesaria en presencia de vapores/aerosoles

Protección de ojos: precisa

Protección de manos: guantes de caucho nitrilo.

Concentración en el aire:	Efectos:
0.067-0.4 ppm	Concentración umbral odorífica y umbral para cambios respiratorios, reflejos, sensibilidad luminosa y toxicidad digital-vascular.
1-5 ppm	No existe deterioro orgánico.
10 ppm	Altera el trabajo
10-50 ppm	Dificulta el trabajo
50-100 ppm	Intolerable
100-1000 ppm	Peligro para exposiciones breves
1300-2000 ppm	Mortal.

Bisulfuro de carbono (CS₂):

La exposición prolongada a vapores de bisulfuro de carbono lleva a síntomas de intoxicación que van desde el enrojecimiento de la cara, euforia y luego pérdida de conocimiento, coma y parálisis de la respiración. La intoxicación crónica produce dolor de cabeza, pérdida de sueño, disfunciones en la visión, la memoria y el oído, inflamación de los nervios y daños vasculares.

Tóxico: puede ser fatal si se inhala, ingiere o se absorbe por la piel.

Los vapores pueden producir mareos o sofocación.

El fuego producirá gases irritantes, corrosivos y/o tóxicos.

Incendio: se puede incendiar fácilmente por calor, chispas o llamas.

Los vapores pueden formar mezclas explosivas con el aire.

Ropa protectora: use ropa protectora contra productos químicos, la cual esta ampliamente recomendada por el fabricante.

Fuego: use polvos químicos secos, CO₂, rocío de agua o espuma resistente al alcohol.

Ácido fosfórico (H₃PO₄).

Tóxico: inhalación, ingestión o contacto con la piel, puede causar daños severos o la muerte.

Los efectos de contacto o inhalación pueden presentarse en forma retardada.

Incendio o explosión: las sustancias no-combustibles no encienden por si mismas pero se pueden descomponer al calentarse y producir vapores corrosivos y/o tóxicos.

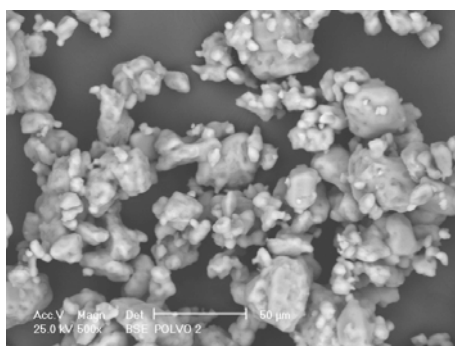
El contacto con metales puede despedir hidrógeno gaseoso y inflamable.

Ropa protectora: use ropa protectora contra productos químicos, la cual esta ampliamente recomendada por el fabricante.

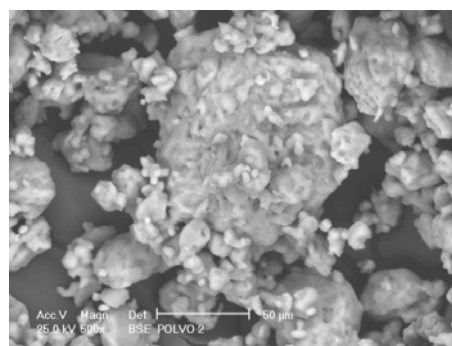
Fuego: use polvos químicos secos, CO₂ y rocío de agua.

Apéndice 2. Imágenes de MEB en alto vacío de Azufre precipitado

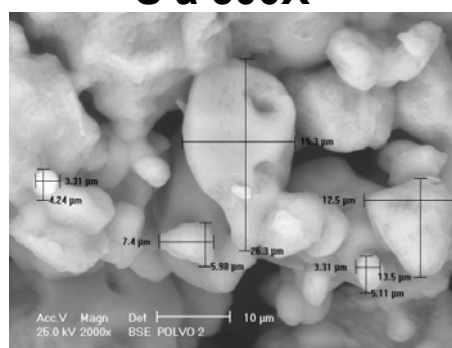
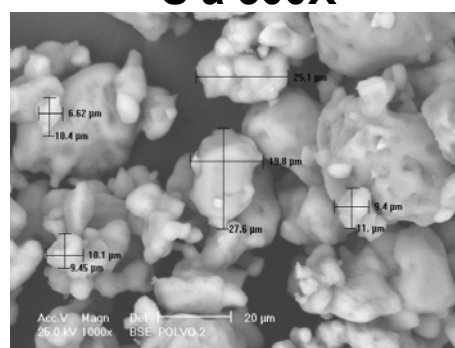
Las condiciones de operación para MEB en alto vacío son: distancia de trabajo: 10 ± 1 mm, voltaje de aceleración: 25 kv, tamaño de paso: 5-3, presión: 1.6×10^{-6} bars.



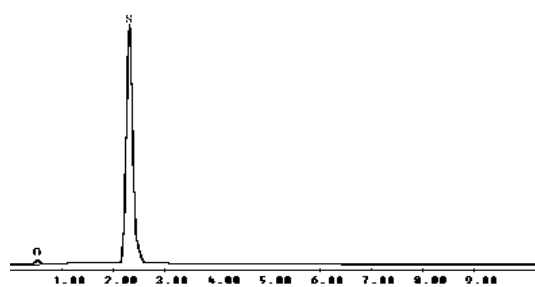
S a 500X



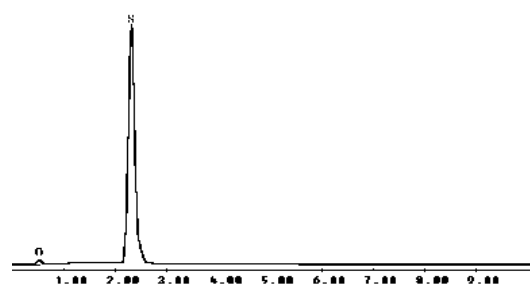
S a 500X



Tamaño de grano a 1000X de S Tamaño de grano a 2000X de S

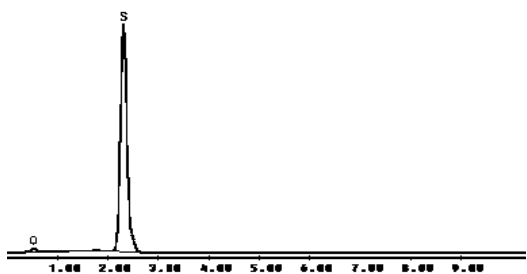


Espectro de S

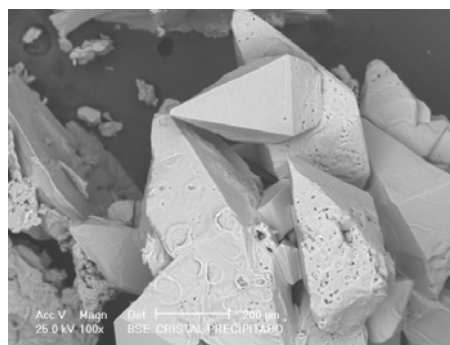


Espectro de S

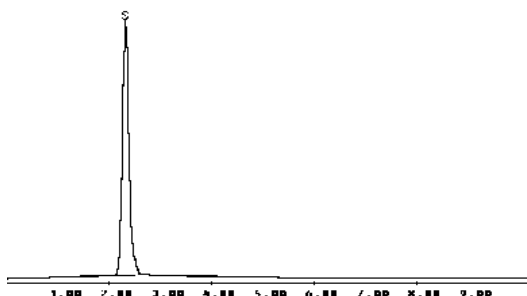
Apéndice 3. Imágenes de MEB alto vacío para azufre precipitado después de la purificación.



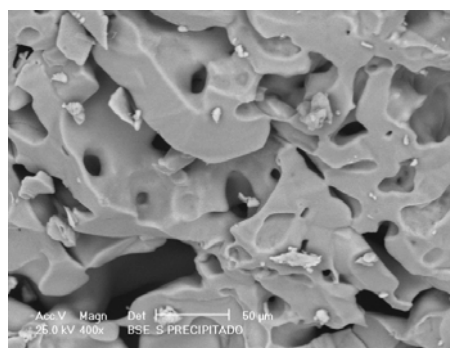
Espectro de S a 100X



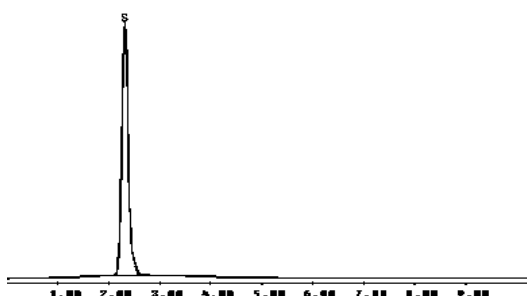
S a 100X



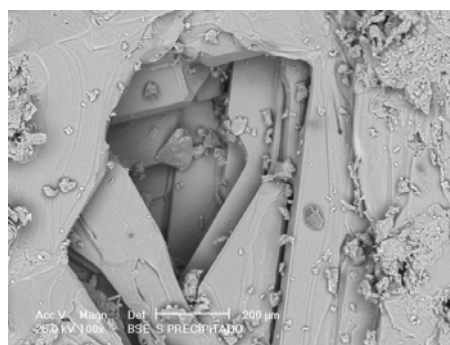
Espectro de S a 400X



S a 400X

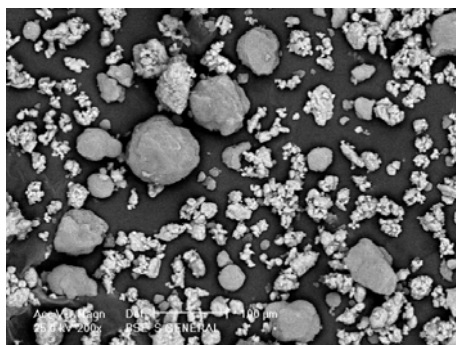


Espectro de S a 100X

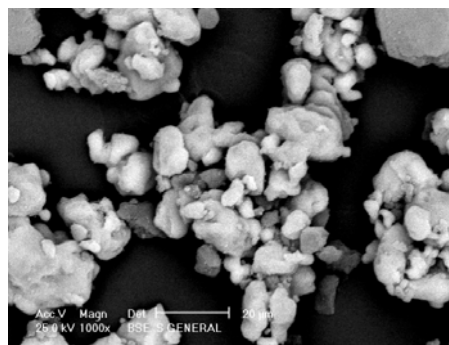


S a 100X

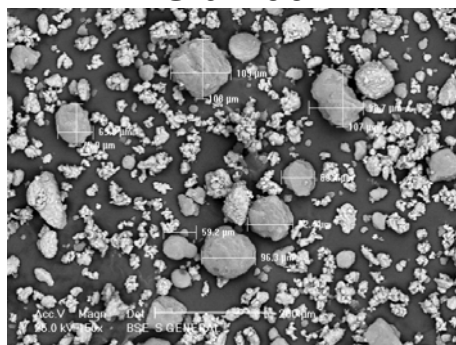
Apéndice 4. Imágenes de MEB en alto vacío de Flor de azufre.



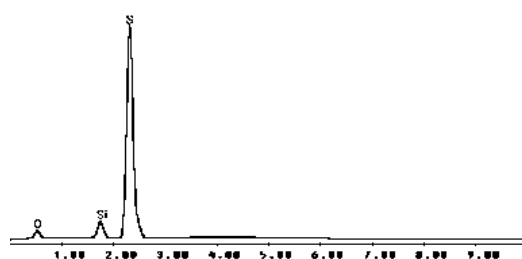
S a 200X



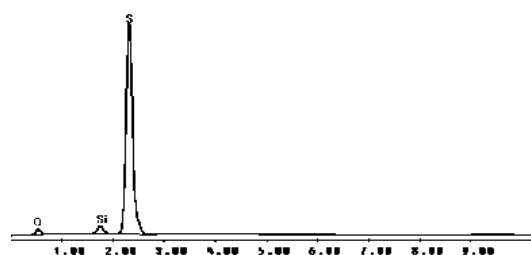
S a 1000X



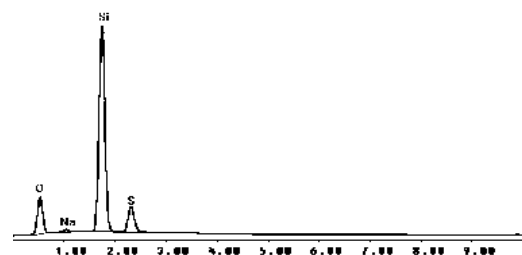
Tamaño de grano de S a 150X



Espectro general de S

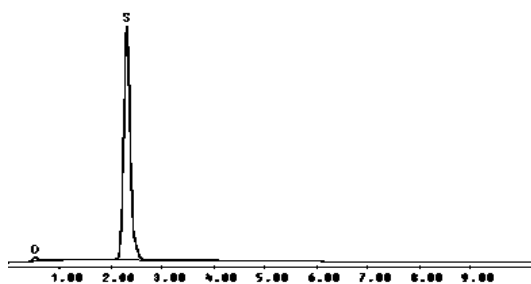


Espectro de la zona clara de S

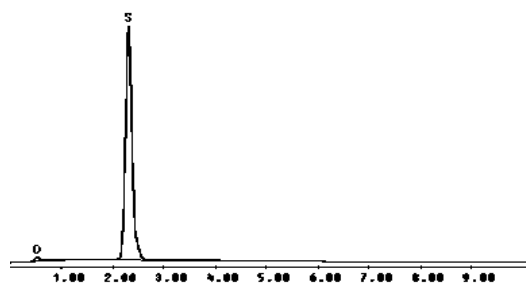


Espectro de la zona oscura de S

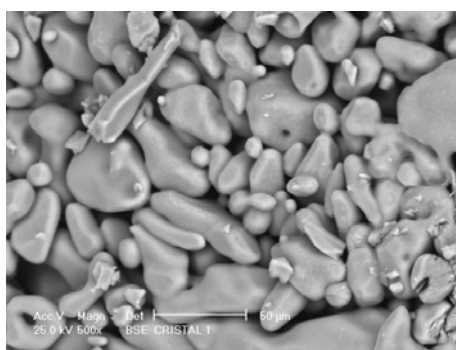
Apéndice 5. Imágenes de MEB alto vacío para flor de azufre después de la purificación.



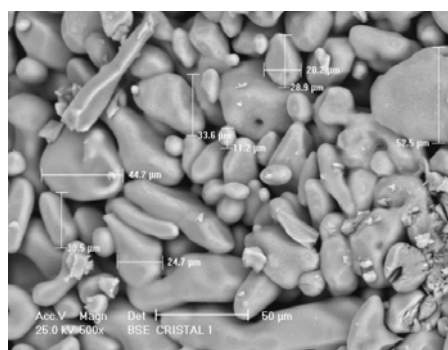
Espectro a 200X



Espectro a 150 X



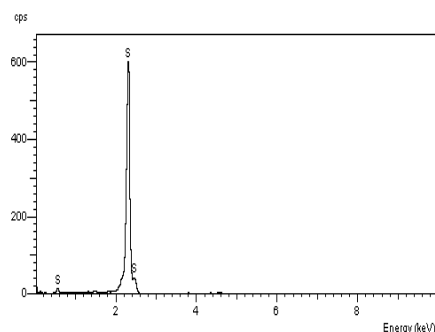
S a 200X



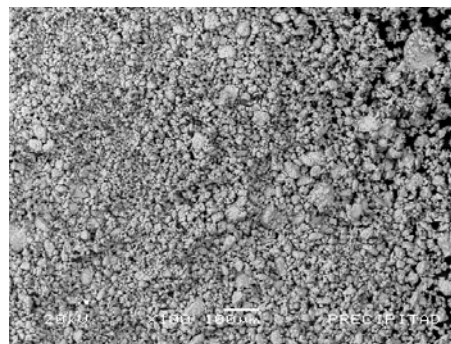
Tamaño de grano de S a 150X

Apéndice 6. Imágenes de MEB bajo vacío para azufre precipitado.

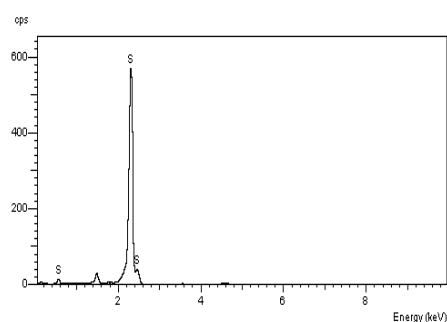
Las condiciones de operación para MEB en bajo vacío son: distancia de trabajo: 10 $\pm$ 1 mm, voltaje de aceleración: 20 kv, tamaño de paso: 42-50, presión: 1×10^{-6} Pa.



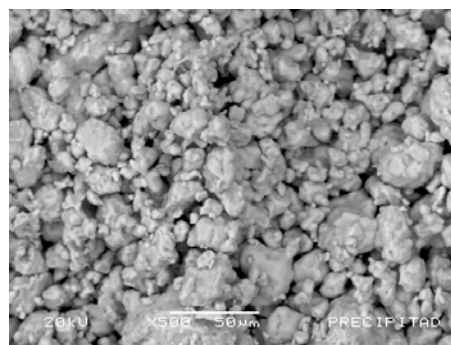
Espectro de S a 100X



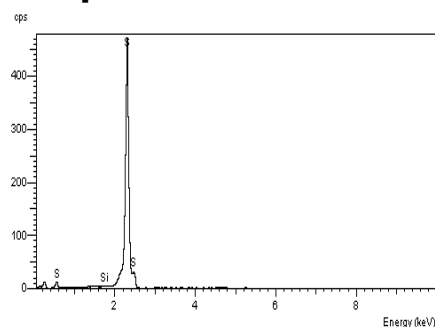
S a 100X



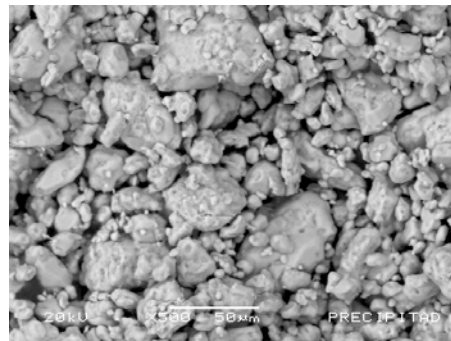
Espectro de S a 500X



S a 500X

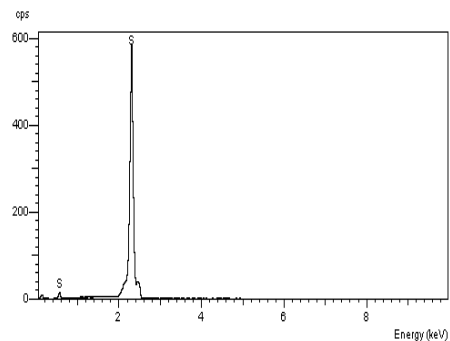


Espectro de S a 500X

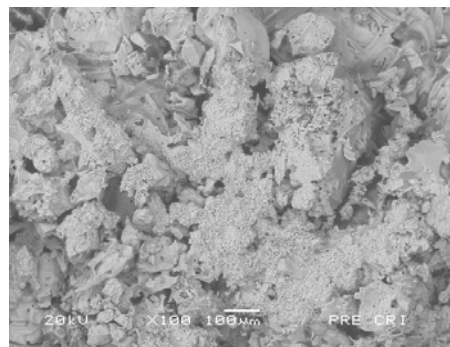


S a 500X

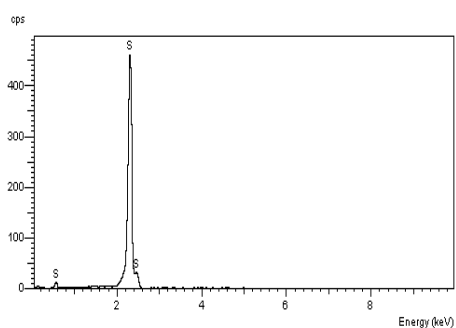
Apéndice 7. Imágenes de MEB bajo vacío para azufre precipitado después de la purificación.



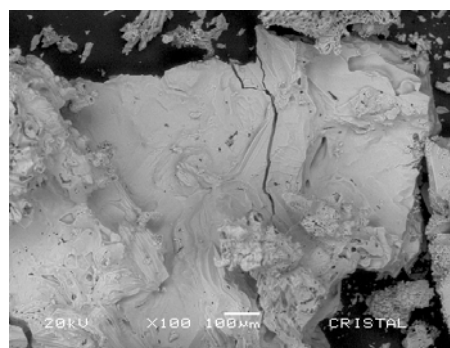
Espectro de S a 100X



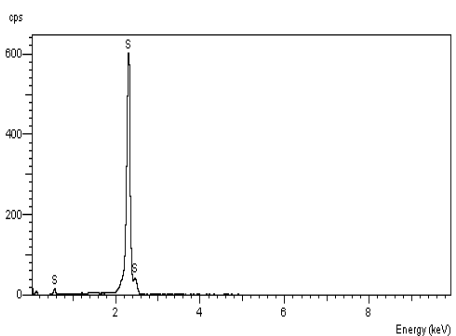
S a 100X



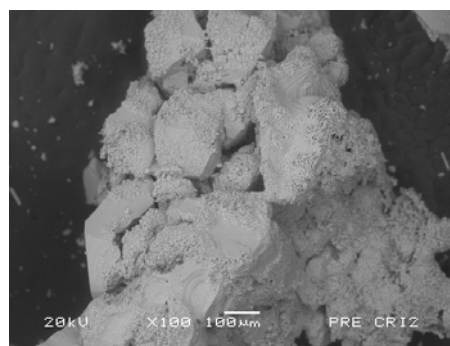
Espectro de S a 100X



S a 100X

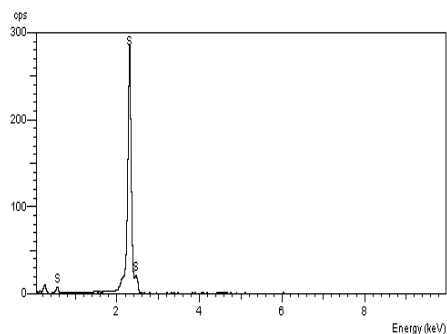


Espectro de S a 100X

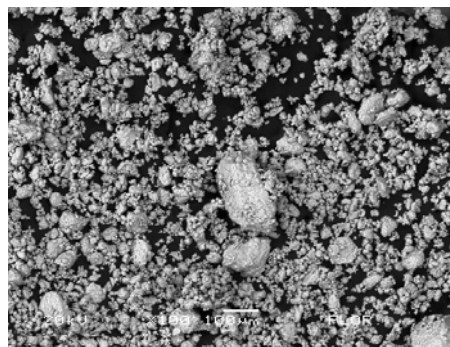


S a 100X

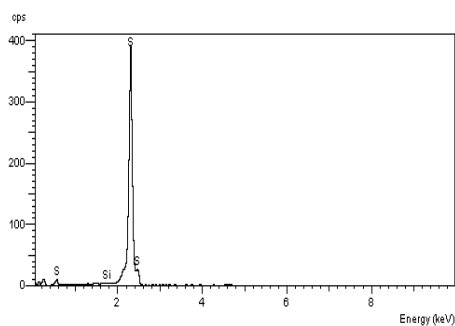
Apéndice 8. Imágenes de MEB bajo vacío para flor de azufre.



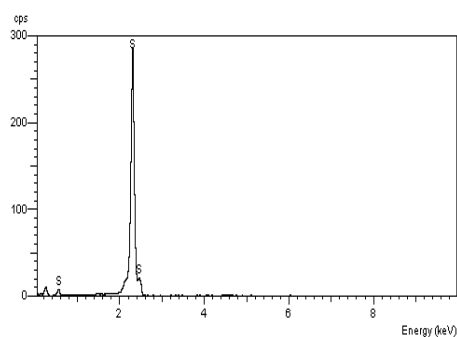
Espectro de S a 100X



S a 100X

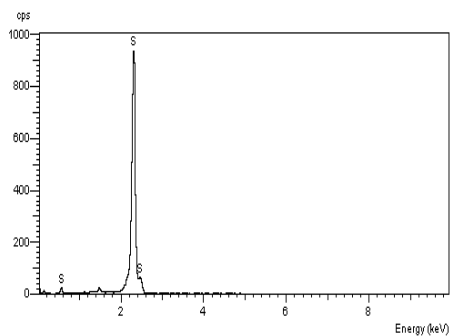


Espectro de S a 100X

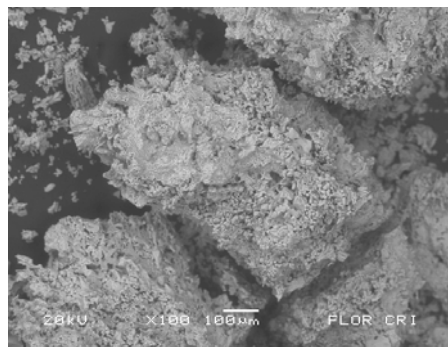


Espectro de S a 100X

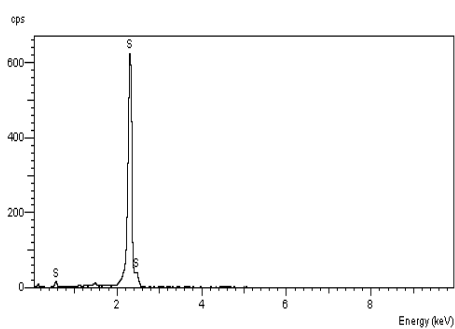
Apéndice 9. Imágenes de MEB bajo vacío para flor de azufre después de la purificación.



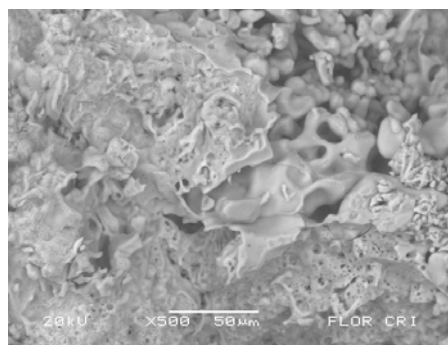
Espectro de S a 100X



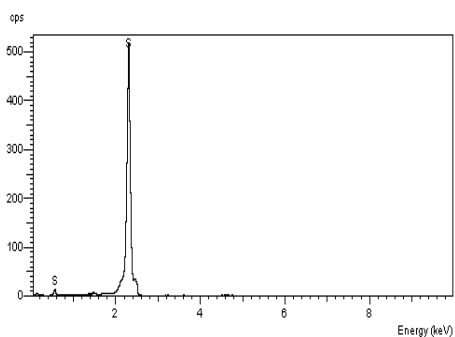
S a 100X



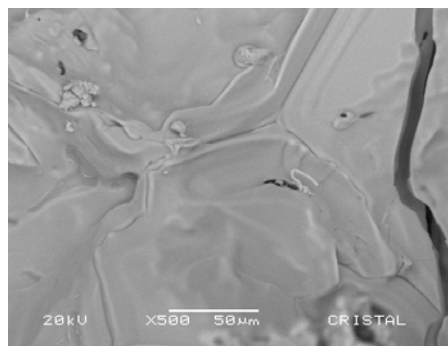
Espectro de S a 500X



S a 500X



Espectro de S a 500X



S a 500X