

INTRODUCCION

La determinación de los elementos actínidos en muestras ambientales y biológicas se han incrementado en los últimos años esto se debe principalmente a la producción de energía con reactores nucleares,⁽¹⁾ por ser una alternativa energética desarrollada y dispuesta para inicios del siglo XXI a nivel mundial. Esto trajo un aumento en la producción de los elementos transuránicos, de ellos el plutonio es el de mayor importancia por su producción en el ciclo del combustible nuclear y debido a su toxicidad.

Se han realizado diversos trabajos para determinar al plutonio en diversas muestras, uno de los principales problemas que se presenta en la purificación de este elemento⁽²⁾, es el que no se realiza una completa separación de este con el uranio. Por tal motivo, el objetivo del presente trabajo es obtener una técnica para separar y purificar al plutonio de uranio irradiado y productos de fisión en una forma rápida y sencilla para que pueda ser utilizada como una técnica de control en cualquier laboratorio radioquímico.

En el capítulo I se describen las propiedades químicas y físicas del plutonio y del uranio; se define el concepto de intercambio iónico y se incluyen también los principales fundamentos de los equipos de medición utilizados.

En el capítulo II se describe la técnica de separación empleada, las partes de que constan los equipos, así como las gráficas obtenidas para la calibración de cada uno.

En el capítulo III se muestran los resultados obtenidos, en la separación por columna de intercambio iónico empleando una resina aniónica, se reportan los espectros obtenidos del plutonio y una discusión del conjunto de resultados. Finalmente se presentan las conclusiones y la bibliografía.



**FACULTAD DE
INGENIERIA QUIMICA**

OFICIO: I.Q.102/94
ASUNTO: Autorizacion
para Impresion de Tesis.

C. JORGE JAVIER RAMIREZ GARCIA
PASANTE DE LA CARRERA DE
INGENIERIA QUIMICA
P R E S E N T E .

Le comunico que despues de haber sido revisado y aprobado el Trabajo Recepcional de TESIS, presentado por Usted y que lleva por titulo "DETERMINACION CUALITATIVA DE PLUTONIO MEDIANTE ESPECTROSCOPIA ALFA", y estando de acuerdo con los catedráticos que integran el Jurado de la Revisión Escrita en el sentido de que es aceptable para sustentar su Examen Profesional, AUTORIZO que proceda la Impresion del citado trabajo.

A T E N T A M E N T E .

Xalapa-Equez., Ver., Septiembre 22 de 1994.



**FACULTAD DE
INGENIERIA
QUIMICA**
**UNIVERSIDAD
VERACRUZANA**

Dirección



I. Q. A. LUIS OMAR JAMED BOZA
DIRECTOR .



ESTE TRABAJO SE REALIZO EN EL INSTITUTO NACIONAL DE
INVESTIGACIONES NUCLEARES EN EL DEPARTAMENTO DE
QUIMICA, BAJO LA DIRECCION DE LOS DOCTORES JOSE LUIS
ITURBE GARCIA Y MARCOS J. SOLACHE RIOS, Y BAJO LA
DIRECCION ACADEMICA DEL I.Q. RAFAEL PEDREGAL
FERNANDEZ DE LA FACULTAD DE INGENIERIA QUIMICA DE LA
UNIVERSIDAD VERACRUZANA.

A MIS PADRES;

**AYCELA GARCIA VELEZ Y GILBERTO RAMIREZ GUTIERREZ; POR
BRINDARME SU CONFIANZA, APOYO MORAL Y ESE ESPIRITU DE
LUCHA QUE ME HAN INCULCADO PARA LOGRAR LAS METAS QUE
ME HE PROPUESTO HASTA EL MOMENTO.**

A MIS HERMANOS;

**ARTURO, ROSALBA, MARIELA, ARMANDO, MARTHA, HILDA,
CARLOS Y ALEJANDRO; POR LA UNION QUE SIEMPRE HA
EXISTIDO ENTRE NOSOTROS, SOBRE TODO EN LOS MOMENTOS
DIFICILES, LES AGRADEZCO SU APOYO Y ALIENTO.**

A MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS BECARIOS.

**CON QUIENES HE COMPARTIDO EXITOS Y FRACASOS; GRACIAS
POR LA AMISTAD QUE SIEMPRE ME HAN DEMOSTRADO.**

MI AGRADECIMIENTO A LOS DOCTORES JOSE LUIS ITURBE GARCIA Y MARCOS J. SOLACHE RIOS, QUE CON SUS CONOCIMIENTOS Y EXPERIENCIAS DIRIGIERON Y ASESORARON EL DESARROLLO DEL PRESENTE TRABAJO.

AL INGENIERO RAFAEL PEDREGAL FERNANDEZ POR LA AYUDA BRINDADA PARA LA REVISION FINAL DE ESTE TRABAJO.

AL DR. EDUARDO ORDOÑEZ REGIL POR SU VALIOSA COLABORACION EN LA REALIZACION DE LOS ANALISIS POR ESPECTROSCOPIA ALFA.

AGRADEZCO A LA DOCTORA SILVIA BULBULIAN Y A TODO EL PERSONAL QUE INTEGRA EL DEPARTAMENTO DE QUIMICA, TANTO PROFESIONISTAS COMO TECNICOS, EL APOYO Y LAS ATENCIONES RECIBIDAS.

A LA QUIMICA ELIZABETH TERESITA ROMERO GUZMAN, GRACIAS POR COMPARTIR SUS CONOCIMIENTOS Y POR ALENTARME A SALIR ADELANTE.

AGRADEZCO A TODOS LOS PROFESORES Y PERSONAS QUE DE UNA U OTRA FORMA COLABORARON EN MI FORMACION COMO PROFESIONISTA.

AGRADEZCO A MI PRIMO VICTOR MANUEL GARCIA GARCIA POR EL APOYO BRINDADO DURANTE LA REALIZACION DE ESTE TRABAJO.

FINALMENTE AGRADEZCO AL INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES POR LA AYUDA ECONOMICA, ASI COMO TODAS LAS FACILIDADES OTORGADAS PARA ESTA TESIS.

INDICE

INTRODUCCION.....	1
--------------------------	----------

CAPITULO I GENERALIDADES

I.1.- ANTECEDENTES.....	2
I.2.- PLUTONIO.....	4
I.3.- URANIO.....	8
I.4.- REACTOR NUCLEAR TRIGA MARK III.....	12
I.5.- CROMATOGRAFIA DE INTERCAMBIO IONICO.....	15
I.6.- ELECTRODEPOSITO.....	18
I.7.- ESPECTROSCOPIA ALFA.....	19

CAPITULO II PARTE EXPERIMENTAL

II.1.- MATERIAL Y EQUIPO.....	20
II.2.- CALIBRACION DEL SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA ALFA.....	23
II.3.- CALIBRACION DEL SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA GAMMA.....	25
II.4.- PREPARACION E IRRADIACION DE LAS MUESTRAS.....	28
II.5.- DISOLUCION Y SISTEMA DE REFLUJO.....	28
II.6.- SEPARACION Y PURIFICACION POR CROMATOGRAFIA DE INTERCAMBIO IONICO.....	29
II.7.- ELECTRODEPOSITO.....	31
II.8.- ANALISIS POR ESPECTROSCOPIA ALFA.....	31

CAPITULO III RESULTADOS Y DISCUSION

III.1.- ESPECTROSCOPIA ALFA Y GAMMA.....	33
CONCLUSIONES.....	43
BIBLIOGRAFIA.....	44

INTRODUCCION

La determinación de los elementos actínidos en muestras ambientales y biológicas se han incrementado en los últimos años esto se debe principalmente a la producción de energía con reactores nucleares,⁽¹⁾ por ser una alternativa energética desarrollada y dispuesta para inicios del siglo XXI a nivel mundial. Esto trajo un aumento en la producción de los elementos transuránicos, de ellos el plutonio es el de mayor importancia por su producción en el ciclo del combustible nuclear y debido a su toxicidad.

Se han realizado diversos trabajos para determinar al plutonio en diversas muestras, uno de los principales problemas que se presenta en la purificación de este elemento⁽²⁾, es el que no se realiza una completa separación de este con el uranio. Por tal motivo, el objetivo del presente trabajo es obtener una técnica para separar y purificar al plutonio de uranio irradiado y productos de fisión en una forma rápida y sencilla para que pueda ser utilizada como una técnica de control en cualquier laboratorio radioquímico.

En el capítulo I se describen las propiedades químicas y físicas del plutonio y del uranio; se define el concepto de intercambio iónico y se incluyen también los principales fundamentos de los equipos de medición utilizados.

En el capítulo II se describe la técnica de separación empleada, las partes de que constan los equipos, así como las gráficas obtenidas para la calibración de cada uno.

En el capítulo III se muestran los resultados obtenidos, en la separación por columna de intercambio iónico empleando una resina aniónica, se reportan los espectros obtenidos del plutonio y una discusión del conjunto de resultados. Finalmente se presentan las conclusiones y la bibliografía.

CAPITULO I
GENERALIDADES

CAPITULO I GENERALIDADES

I.1. ANTECEDENTES

En diciembre de 1940, G.T. Seaborg; A.C. Wahl y Kenedy;⁽³⁾ de la Universidad de California en Berkeley, irradiaron óxido de uranio con deuterones en un ciclotrón. En unos pocos meses aislaron un nuevo material blanco e identificaron a este como un elemento de número atómico 94. Este elemento fue llamado plutonio, porque éste es el segundo elemento después del uranio; justo como Plutón es el segundo planeta después de Urano. El continuo bombardeo de óxido de uranio en la universidad de Washington y en Berkeley produjeron bastante plutonio y prepararon un compuesto químico puro, PuO_2 , en agosto de 1942. Esta fue la primera observación de un elemento trasuránico.

Debido al crecimiento de la industria nuclear, se ha incrementado la producción de elementos trasuránicos de los cuales el plutonio es el que más se produce.⁽¹⁾ Diferentes técnicas se han utilizado para la separación de este elemento, entre ellas se encuentran; la coprecipitación extracción con disolventes, lixiviación y cromatografía de intercambio iónico. Estas técnicas se han empleado en la determinación de este elemento actínido en muestras tales como: agua de mar, sedimentos y organismos marinos⁽⁴⁾, suelo⁽⁵⁾, orina⁽⁶⁾, minerales de uranio⁽⁷⁾ y en muestras ambientales.⁽⁸⁾

De los trabajos reportados empleando la técnica de coprecipitación se mencionan los más importantes; T. KIMURA et al⁽⁹⁾ determinaron las condiciones óptimas en las cuales el plutonio, neptunio y americio se determinan cuantitativamente con sulfato de bario. Posteriormente la separación se realizó combinando la coprecipitación con la reducción/oxidación de los actínidos. Schwendiman y Healy⁽¹⁰⁾ describen un método para aislar al plutonio de orina, coprecipitando a este con fluoruro de

lantano (LaF_3) de una solución ácida, después el plutonio se separa del lantano por extracción con TTA (tenoil trifluoruro acetona). Un procedimiento diferente fue reportado por Smales et. al⁽¹¹⁾ en el cual, el plutonio fue coprecipitado con hierro y posteriormente por extracción con di-isopropil éter.

La extracción con solventes es una herramienta importante para la determinación de los actínidos en diversas muestras: a causa de la composición de estas muestras, las soluciones iniciales, tienen una alta concentración de sales, esta técnica de extracción con disolventes permite la separación de estos elementos a través de diferentes extracciones.

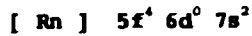
Las amidas alifáticas⁽¹²⁾ (hexamida, octanamida, decanamida) TTA⁽¹³⁾ (tenoil trifluoruro acetona), TOPO⁽¹⁴⁾ (óxido de trinocil íosfina) y el ácido octilfenil fosfato⁽¹⁵⁾ entre otros se han utilizado para la extracción de plutonio de diferentes medios.

También se ha reportado, sobre la extracción de plutonio en el suelo por lixiviación con soluciones de ácido nítrico 8 y 15 M, de ácido clorhídrico 8 y 12 M, o con mezclas de estos ácidos.⁽¹⁶⁾ También se ha utilizado ácido fluorhídrico. Aproximadamente 30% del plutonio en suelo se comporta durante la lixiviación de HNO_3 como si el plutonio estuviera presente en el suelo en forma de PuO_2 , el cual es poco soluble en HNO_3 , HCl , H_2SO_4 . Se puede esperar que el uso del HF induce a una mejor conversión de PuO_2 a una forma ácida soluble.⁽¹⁷⁾

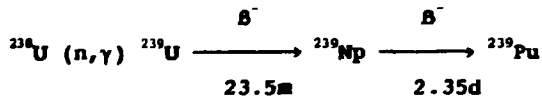
Diferentes intercambiadores iónicos se han utilizado para la separación de plutonio entre los que se encuentran DOWEX 1 X 8, AMBERLITA IRA 90, DOWEX MSA-1 etc.⁽¹⁸⁾ La separación por el proceso de intercambio iónico depende fuertemente de la estabilidad del ión de Pu^{4+} , estudios previos han reportado que en este estado de oxidación el plutonio forma un complejo aniónico $\text{Pu}(\text{NO}_3)_6^-$,^(19,20) el cual es el que se adsorbe en la resina aniónica. Si se encuentra este elemento en diferentes estados de oxidación, la separación por intercambio aniónico es más difícil.⁽²¹⁾

I. .

El plutonio forma parte de la familia de los actínidos que comprenden del torio al lawrencio. El peso atómico es de 242 g/gmol y el número atómico de 94. La configuración electrónica es:



El plutonio-239 es el único isótopo de este elemento que se encuentra en la naturaleza en cantidad de traza en la pitchblenda asociado con el uranio.⁽²²⁾ Se puede producir irradiando uranio en reactores nucleares conforme a la siguiente reacción:



I.2.1. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

El plutonio metálico es de color blanco-plateado parecido al hierro o níquel. El plutonio en este estado y en granos muy pequeños es pirofórico.

El punto de fusión del plutonio metálico es de 640°C que es bajo para un metal en comparación con los puntos de fusión de hierro y de tungsteno que son 1535°C y 3410°C respectivamente. En contraste, tiene bajo punto de fusión, el punto de ebullición es alto, de 3327°C. Su densidad a temperatura ambiente es de 19.86 g/cm³. El plutonio metálico es un pobre conductor de la electricidad y pobre conductor térmico.

Existen cuatro estados de oxidación, de este elemento, específicamente; III, IV, V y VI. De ellos el más estable es el IV. El plutonio es atacado por muchos gases a elevadas temperaturas por ejemplo el H_2 , N_2 , halógenos, SO_2 entre otros. Los compuestos más comunes son los óxidos y los haluros, de estos el de mayor importancia es el dióxido de plutonio (PuO_2) debido a su potencial uso como combustible nuclear.

El plutonio metal se disuelve fácil y rápidamente en concentraciones moderadas de HCl y otros ácidos halogenados, debido a su naturaleza electropositiva.^(3,22,23,24)

El comportamiento del plutonio con varias soluciones se muestra en la tabla 1.

SOLUCION	COMPORTAMIENTO
agua	es atacado muy lentamente.
agua salada	es atacado rápidamente
HCl, HI, HBr.	rápida disolución
ácido acético	no se observa reacción en ácido concentrado, lenta disolución en ácido diluido
$HClO_4$	rápida disolución en ácido concentrado
HNO_3	es atacado muy lentamente, en la ebullición del ácido concentrado se disuelve rápidamente
H_3PO_4	rápida disolución en ácido concentrado
H_2SO_4	ataca muy lentamente con similar comportamiento para HNO_3 .
ácido sulfámico	rápida disolución

Tabla 1.- Comportamiento del plutonio con varias soluciones

I.2.2. PROPIEDADES NUCLEARES DEL PLUTONIO.

Existen 15 isótopos de plutonio, todos ellos radiactivos, de los cuales la mayoría son emisores de partículas alfa excepto los isótopos, 241, 243, 245 y 246 que son emisores beta, como se muestra en la tabla 2.

En la figura 1 se muestran las reacciones nucleares que se llevan a cabo durante la irradiación de ^{238}U para obtener a los isótopos de plutonio. El isótopo de plutonio-239 es el utilizado en este estudio.

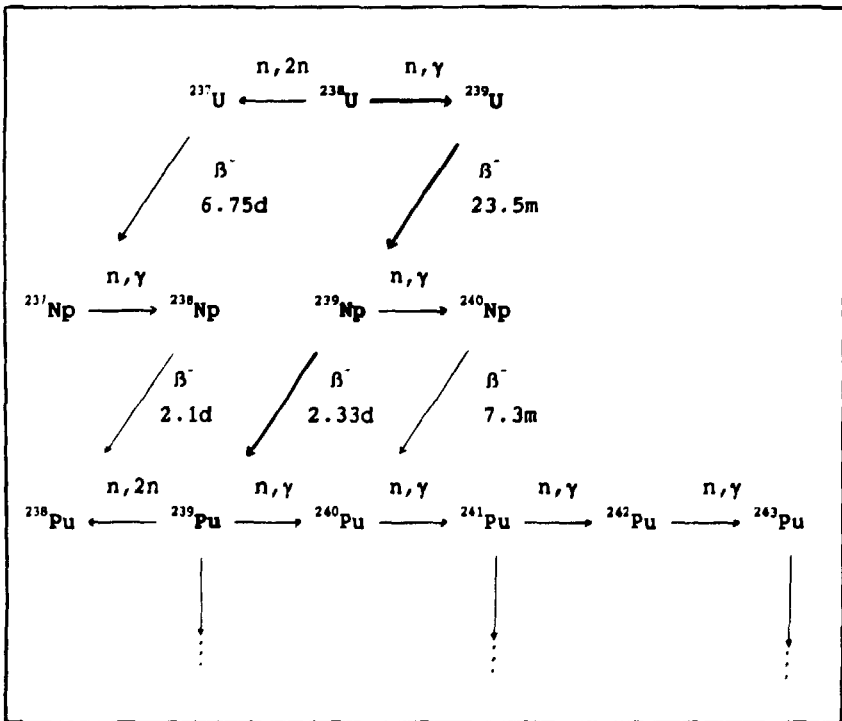


Fig. 1.- La producción de los isótopos de plutonio desde la irradiación de uranio natural. ⁽²⁴⁾

ISOTOPO	VIDA MEDIA *	TIPO y % DE DECAIMIENTO	ENERGIA (MeV) y % DE INTENSIDAD	METODO DE PREPARACION
²³² Pu	36 m	α 2 EC 98	6.58	²³⁵ U + α de 100 MeV
²³³ Pu	20 m	α 0.1 EC 99	6.30	²³³ U + α (40 MeV)
²³⁴ Pu	9.0 h	α 6 EC 94	6.19	²³³ , ²³⁵ U + α (40 MeV)
²³⁵ Pu	26 m	α 3 X 10 ⁻³ EC 99	5.85	²³³ , ²³⁵ U + α (20-30 MeV)
²³⁶ Pu	2.85 a	α	5.763 (69%) 5.716 (31%)	²³⁵ U + α (40 MeV)
²³⁷ Pu	45.6 d	α 0.003 EC 99 +	5.36 (79) 5.65 (21)	²³⁵ U + α (40 MeV)
²³⁸ Pu	86.4 a	α	5.495 (72) 5.452 (28)	²³⁸ U + d
²³⁹ Pu	24,360 a	α	5.147 (73) 5.134 (17) 5.096 (10)	²³⁸ U + n
²⁴⁰ Pu	6,580 a	α	5.162 (76) 5.118 (24)	²³⁸ U + n ²³⁹ Pu + n
²⁴¹ Pu	13.0 a	α 4 X 10 ⁻³ β ⁻ 99	4.89	²³⁸ U + n
²⁴² Pu	3.79 X 10 ⁵ a	α	4.898 (76) 4.858 (24)	²³⁸ U + n ²⁴¹ Am + n
²⁴³ Pu	4.98 h	β ⁻	0.6	²⁴² Pu + n
²⁴⁴ Pu	7.96 X 10 ⁷ a	α	4.58	²⁴³ Am + n ²⁴² Pu + n
²⁴⁵ Pu	10.6 h	β ⁻	0.9	²⁴⁴ Pu + n
²⁴⁶ Pu	10.85 d	β ⁻	0.2	²³⁸ U + n

*) m = minutos h = hora d = días a = años

Tabla 2.- Propiedades nucleares de los isótopos de plutonio

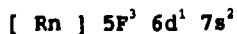
I.2.3 TOXICIDAD QUIMICA

De los elementos transuránicos, el plutonio es uno de los más tóxicos.⁽²³⁾ Sin embargo, su toxicidad varía; este puede introducirse al organismo, mediante ingestión, inhalación o absorberse a través de la piel.

La ICRP (Comisión Internacional de Protección Radiológica), determina que la dosis máxima permisible en el pulmón para el personal ocupacionalmente expuesto es de 0.016 μ ci.⁽²⁴⁾

I.3. URANIO

El uranio también pertenece a los actínidos. Fue descubierto por M.H. Klapoth en 1789 y aislado en 1841 por E.M. Pliegot; frecuentemente se encuentra en minerales de tierras raras formando cristales isomórficos. El radio del átomo de uranio metálico es igual a 1.421 Å y su peso molecular es de 238.07 g/gmol su configuración electrónica es la siguiente:



I.3.1 PROPIEDADES FISICAS Y QUIMICAS

El uranio metálico es un metal denso lustroso semejante al hierro en apariencia. Es dúctil y maleable; en el aire se opaca rápidamente, y en muy corto tiempo, en una superficie púrida empieza a cubrirse con una capa oscura de óxido.

El uranio es un pobre conductor de la electricidad y es debilmente paramagnético. Las propiedades físicas se presentan en la tabla 4.

PROPIEDADES	VALORES
punto de fusión	1132 ± 1 °C
punto de ebullición	3318 °C
densidad	19.04 g/cm ³
calor latente de fusión	4.7 Kcal/mol
calor latente de evaporación	106.7 Kcal/mol
entalpía (25 °C)	1521.4 cal/mol
entropía	11.99 ± 0.02 cal/°*mol
conductividad eléctrica	2.4 x 10 ⁴ (ohm * cm)
conductividad térmica	0.071 cal/cm*seg*°

Tabla 4.- Propiedades físicas del uranio.

Dentro de sus propiedades químicas existen cuatro estados de oxidación; III, IV, V, y VI, los estados IV y VI son los más estables.

El U³⁺ puede ser fácilmente obtenido en solución de sales como UCl₃ y UBr₃, o por la reducción de U⁴⁺ y U⁶⁺, las soluciones de U³⁺ son de color rojo intenso. El U³⁺ es muy inestable en solución y es oxidado a U⁴⁺ aún en ausencia de oxígeno.

Las soluciones de U⁴⁺ son de color verde, el estado IV, es estable especialmente en soluciones fuertemente ácidas y frías.

El U⁵⁺ puede ser obtenido en solución a partir de UCl₅ en agua o por la reducción electrolytica de U⁶⁺ a un pH entre 2.5 y 3, se descompone dando lugar a la formación de U⁴⁺ y U⁶⁺. El U⁶⁺ es el más estable.

Cuando el uranio metálico se disuelve en ácido clorhídrico

y ácido sulfúrico se forman sales de uranio tetravalente. El ácido nítrico disuelve al uranio con la formación de sales de uranilo. El ácido fluorhídrico concentrado actúa lentamente sobre el metal aún a altas temperaturas; probablemente se forma una capa de tetrafluoruro, la cual impide la disolución del uranio. (26,27,28,29)

En la tabla 5 se muestra la reactividad del uranio con diferentes ácidos.

ACIDO	TIPO DE REACCION	PRODUCTOS DE REACCION	OBSERVACIONES
HF	lenta	UF ₄	
HCl	rápida	cantidades variables de U ³⁺ , U ⁴⁺ , un residuo negro	se forma un residuo negro
HNO ₃	medio	nitrato de uranilo	
H ₂ SO ₄	lenta	sulfato ácido de U ⁴⁺	no reacciona con H ₂ SO ₄
H ₃ PO ₄	lenta	fosfato ácido de U ⁴⁺	reacciona rápidamente en H ₃ PO ₄ caliente
HClO ₄	rápida		insoluble en HClO ₄

Tabla 5.- Reactividad de uranio con ácidos.

I.3.2. PROPIEDADES NUCLEARES DEL URANIO

El uranio natural consta de una mezcla de 3 isótopos radiactivos de los cuales su abundancia natural es aproximadamente la siguiente: ^{234}U (0.0054 %), ^{235}U (0.720 %) ^{238}U (99.275 %).

Todos los isótopos del uranio son radiactivos. En la tabla 6 se encuentran los isótopos naturales de uranio; y sus propiedades nucleares.

ISOTOPOS	DECAIMIENTO	ENERGIA (MeV)	VIDA MEDIA (años)
^{234}U	α	4.763 (74%)	2.48×10^5
		4.716 (26%)	
^{235}U	α	4.580 (10%)	7.13×10^8
		4.470 (3 %)	
		4.400 (83%)	
		4.200 (4 %)	
^{238}U	α	4.20 (80%)	4.49×10^9
		4.15 (20%)	

Tabla 6.- Características generales de los isótopos naturales del uranio

I.4. REACTOR NUCLEAR TRIGA MARK III

El reactor nuclear TRIGA Mark III^(30,31) es un reactor experimental, homogéneo de piscina enfriado con agua y moderado con hidruro de circonio y agua. Fue diseñado por la compañía Gulf General Atomic Ltd. Utiliza como combustible nuclear uranio enriquecido al 20 % en ²³⁵U y mezclado con circonio utilizado como moderador.

Este reactor se opera normalmente a 1 Mw y puede ser pulsado para liberar, en forma súbita una cantidad de energía del orden de 23 Mw/s. En el núcleo del reactor se dispone de neutrones térmicos con un flujo aproximado de 10^{13} n/cm²s durante su operación a 1 Mw de potencia y con un flujo de alrededor de 10^{16} n/cm²s durante su operación pulsada.

En este reactor se producen intensos flujos de neutrones para irradiar muestras en diversas posiciones, las cuales se describen a continuación:

a).- DEDAL CENTRAL.

El dedal central es un tubo situado en la posición central del núcleo. Es el sistema que tiene mayor flujo en neutrones. Es útil cuando se requiere aumentar la sensibilidad de la muestra. A esta posición llega un flujo aproximado de 4.6×10^{13} neutrones rápidos/cm²s, junto con una exposición bastante elevada de radiación gamma, beta y neutrinos principalmente.

b).- TUBO SECO.

El tubo seco está colocado en el mismo círculo de la estructura celular donde se encuentran los elementos de grafito. Este tubo está sellado herméticamente para evitar la presencia de agua en su parte interior. En esta posición hay un flujo de aproximadamente 1×10^{13} neutrones rápidos/cm²s y un flujo similar de neutrones térmicos.

En el dedal central y en el tubo seco normalmente se irradian muestras pequeñas.

c).- SINCA.

Sistema de Irradiación Neumático de Capsulas, es un dispositivo que divide al núcleo en una ramificación con terminales a tres laboratorios. La terminal del núcleo se encuentra colocada en el mismo anillo en donde se encuentran los elementos de grafito y el tubo seco. En este sistema es posible irradiar muestras que van colocadas en capsulas de irradiación denominadas lanzaderas (rabbits) y transportarlas neumáticamente de cualquier terminal al núcleo en un lapso de 6 a 8 segundos, lo que permite efectuar investigaciones con radionúclidos de vida media del orden de segundos.

d).- SIFCA.

Sistema de Irradiación Fijo de Capsulas, es una estructura semicircular de aluminio, colocada en la parte exterior del núcleo. Esta estructura contiene 15 orificios para colocar cápsulas de irradiación. Es útil cuando se requiere irradiar un número grande de muestras simultáneamente. En este dispositivo hay un flujo de aproximadamente 2×10^{12} neutrones rápidos/cm²s; este flujo es considerablemente menor debido a la presencia de elementos de grafito entre este dispositivo y los elementos combustible - moderador.

Los materiales expuestos a los flujos de neutrones producen reacciones nucleares y cada núcleo producido puede ser detectado midiendo la radiación, mediante detectores específicos.

En la fig. 2 se muestra un diagrama del reactor nuclear TRIGA MARK III del Centro Nuclear de México.

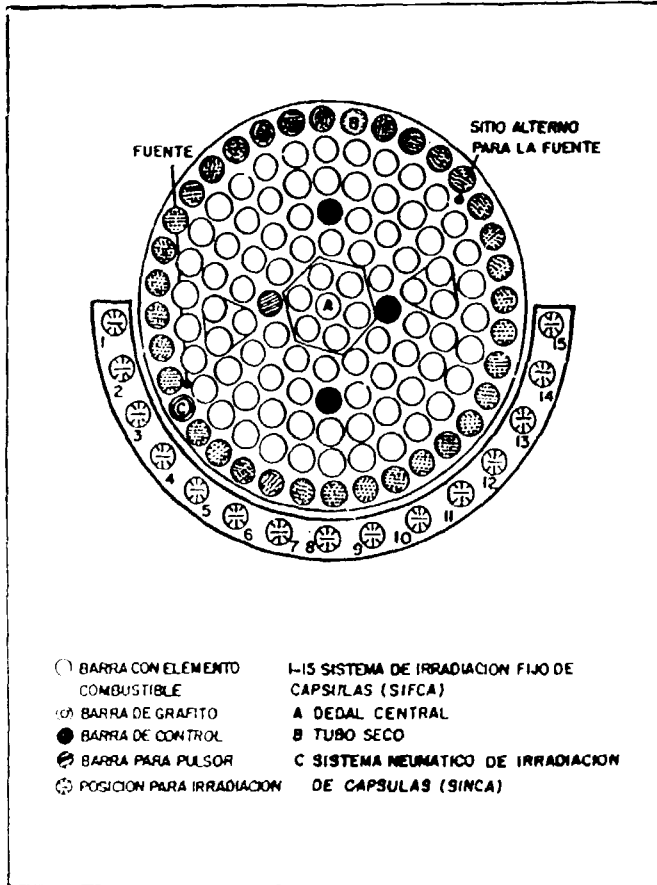


Fig. 2.- Diagrama del corte seccional del núcleo del reactor TRIGA MARK III.

I.5. CROMATOGRAFIA DE INTERCAMBIO IONICO

La cromatografía de intercambio iónico como su nombre lo indica, es una técnica de separación de sustancias iónicas tanto orgánicas como inorgánicas; se basan en la capacidad que tienen algunos materiales de estructura porosa e insolubles, para retener o liberar los iones que se encuentran en una solución. Los intercambiadores de iones pueden ser naturales o sintéticos y de estos últimos existen 3 tipos; resinas, geles y celulosas. La diferencia entre ellos se debe a la naturaleza de los grupos cambiadores incorporados a cada uno y principalmente a la microestructura. El tamaño del poro de la resina es mucho más pequeño que en los otros tipos, por lo que se emplean en la separación de sustancias de pequeño volumen molar.⁽³²⁾

I.5.1. RESINA DE INTERCAMBIO IONICO

Se conoce como resina de intercambio a ciertos compuestos que forman cadenas poliméricas entrecruzadas, en las cuales se han combinado grupos ionizables asociados a iones de carga opuesta.

Los grupos ionizables se pueden considerar como parte de la misma molécula, es decir de la llamada matriz y por ello se le llama también ion fijo. Este ion fijo es el que confiere las características de intercambio a la resina.

A los iones que se encuentran asociados a cada ion fijo en una resina intercambiadora, se conoce como iones móviles o contraiones, por ser los que serán intercambiados durante el proceso, por iones de la misma carga y que se deseen ser removidos de una solución problema.

Las resinas de poliestireno se fabrican polimerizando estireno con un reactivo que una las cadenas de polímero, como el divinilbenceno, introduciendo el grupo apropiado. De esta manera pueden introducirse grupos ácidos (cambiadores catiónicos) o

básicos (cambiadores aniónicos). Estos dos ejemplos se representan en la fig. 3.⁽³³⁾

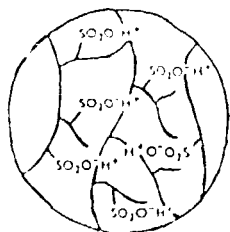
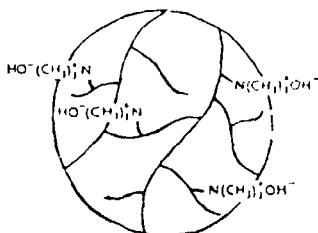


Fig. 3



a) Resina de intercambio catiónico.

b) Resina de intercambio aniónico.

En el ejemplo representado en la fig. 3a, es una resina catiónica fuerte, ya que el grupo sulfónico $-SO_3H$ confiere extraordinaria acidez a la resina. En este caso los iones hidrógeno (H^+) son los únicos que se pueden intercambiar. Análogamente, en el ejemplo representado en la fig. 3b, contiene un grupo hidróxido de amonio cuaternario $-[N(CH_3)_3]^+OH^-$, siendo los iones hidróxido (OH^-) los únicos que se intercambian, la reacción entre resina catiónica $R-H^+$ y los iones sodio sería:



Mientras que en la resina aniónica con el ion cloruro sería:



Desde el punto de vista práctico, las formas que se emplean habitualmente son la ácida (H^+) y la sódica (Na^+) en resinas

catiónicas y en las aniónicas el ion cloruro (Cl) o el hidróxilo (OH⁻). Para pasar de una forma a otra, la resina se lava con un exceso de solución concentrada que contiene el ion apropiado, que dirige el equilibrio en la dirección deseada. Así, para convertir una resina de la forma sódica a la forma ácida, se lavaría con un ácido fuerte en exceso.

1.5.2. CARACTERISTICAS DE LAS RESINAS

A continuación se definen los parámetros más importantes de una resina de intercambio iónico.⁽³⁴⁾

CAPACIDAD.- Se define como el número de miliequivalentes iónicos que son intercambiados en una resina, por unidad de peso o volumen (meq/gr o meq/ml).

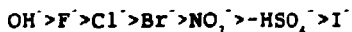
La capacidad de una resina se expresa en función de peso húmedo y es necesario que esto se tome en cuenta cuando se desea calcular la cantidad de resina requerida para eliminar una cantidad conocida de iones en una solución.

SELECTIVIDAD.- Una resina es capaz de intercambiar contraiones de carga opuesta del ion fijo, presenta una diferente afinidad por iones de la misma carga, de acuerdo a la electropositividad o electronegatividad de los mismos.

La afinidad por los iones intercambiables en una resina catiónica es en el orden siguiente:



y en la misma forma, la resina aniónica:



TAMAÑO DE LA PARTICULA.- La granulometría de una resina de

intercambio depende en gran parte de la velocidad de flujo de la misma. Si el diámetro de las partículas es muy grande, la velocidad de flujo del eluente empleado será mayor pero la resina tiende a ser quebradiza.

Si las partículas de la resina son muy pequeñas, el flujo de la resina será muy lento y además se puede obstruir la columna.

GRADO DE ENTRECruzAMIENTO. Esta característica se refiere generalmente al contenido de divinilbenceno que constituye el polímero. Algunas resinas pueden contener hasta 30-40% de entrecruzamiento, pero este tipo de resinas es tan cerrada que con ellas jamás llegan a efectuarse buenas separaciones.

Si el grado de entrecruzamiento es muy bajo, la resina se hincha demasiado y es muy blanda; se comprime fácilmente y resiste menos a cambios de presión o fuerza iónica.

PUREZA Y ESTABILIDAD: Es importante que una resina no tenga impurezas que puedan solubilizarse y competir con los iones de la solución que se desee pasar a través de la misma. De especial interés son las impurezas metálicas que no deberán estar presentes aún a bajas concentraciones ya que por su carácter oxidante o reductor podrán afectar la estructura interna de la resina.

I.6. ELECTRODEPOSITO

La electrólisis es un proceso de separación de una sustancia en disolución empleando una corriente eléctrica, produciendo una reacción química de óxido-reducción.^(35,36) Este proceso se realiza en una celda electrolítica, la cual consta de un recipiente de vidrio o plástico, ésta contiene al electrólito y a dos electrodos, uno de ellos es negativo (cátodo), en el cual se efectúa una reducción, y el otro es positivo (ánodo), en el que se efectúa la oxidación.⁽³⁷⁾

1.7. ESPECTROSCOPIA ALFA

Es una técnica muy sensible, precisa y versátil que se utiliza para identificar emisores de partículas alfa, tiene la gran ventaja de proporcionar información acerca de la distribución de los isótopos radiactivos que presentan el fenómeno de emisión de partículas alfa (núcleos de helio doblemente ionizados), con energía característica para cada especie isotópica.⁽³⁸⁾

Se puede obtener un espectro de radiación alfa con un detector como el de barrera superficial, este es un semiconductor con cristales de silicio del tipo N. Los detectores de radiación alfa deben mantenerse dentro de recipientes con presión reducida (10^{-2} bar, aproximadamente), para evitar que la radiación emitida por una muestra se absorba en las capas de aire antes de llegar al detector. Las señales provenientes de los detectores de radiación nuclear se transfieren a un analizador multicanal de altura de pulsos. Los analizadores multicanales contienen varios canales y en ellos cada escala o ancho de voltaje es diferente, tal disposición permite contar y registrar simultáneamente un espectro total.

La espectroscopía alfa, requiere de la preparación de fuentes radiactivas extremadamente finas y de alta pureza radionúclida, ya que un exceso de material en la capa de depósito puede provocar el fenómeno de autoabsorción.⁽³⁹⁾ Este consiste en la pérdida de energía de las partículas alfa producidas en las capas atómicas profundas del depósito al chocar con las capas superficiales, frenandolas en cierta medida, resultando una distribución de energías más bajas, apareciendo picos deformados en el analizador multicanal, los cuales son muy anchos en su base y pueden encimarse con otros picos vecinos.

CAPITULO II

PARTE EXPERIMENTAL

C A P I T U L O II

PARTE EXPERIMENTAL

II.1 MATERIAL Y EQUIPO.

II.1.1. Reactivos.

Todos los reactivos utilizados fueron de grado analítico.

- 1.- Acido nítrico Concentrado (HNO_3), marca Baker con una pureza del 65%
- 2.- Alcohol octílico [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{OH}$] marca Merck
- 3.- Hidróxido de amonio (NH_4OH), marca Baker, con una pureza del 28 - 30%
- 4.- Hidróxido de sodio (NaOH) marca Merck, con una pureza el 99%
- 5.- Nitrito de sodio (NaNO_2) marca Merck, con una pureza del 99%
- 6.- Resina de intercambio aniónico AG 1 X 8 en forma de cloruro, marca Bio Rad. de 100- 200 mallas.

II.1.1. Materiales

- 1.- Alambre de platino
- 2.- Celda electrolítica de vidrio.
- 3.- Columnas de cuarzo
- 4.- Discos de acero inoxidable de 1.9 cm de diámetro
- 5.- Fuente de corriente directa de 3 amperes, 30 volts.

II.1.3. EQUIPO

a).- Sistema de espectroscopia alfa

Las partes del equipo son las siguientes:

- 1.- Detector de barrera superficial tennelec modelo PD-150-100-17 cubierto con una pelicula delgada de oro.
- 2.- Campana de vacio.
- 3.- Bomba de vacio LEY BOLD-HERRAEUS.
- 4.- Preamplificador ORTEC modelo 142 TH.
- 5.- Fuente de voltaje ORTEC modelo 459.
- 6.- Amplificador ORTEC modelo 450.
- 7.- Computadora Marca SAMTRON modelo SC - 441V , integrada una tarjeta multicanal marca ORTEC A65-BI. (2048 canales)
- 8.- Impresora de datos HEWLETT - PACKARD Deskjet 500

b).-Sistema de espectroscopia gamma.

Las partes del equipo son las siguientes:

- 1.- Detector de germanio hiperpuro, EG&G ORTEC, modelo No. 2012 - 19200, acoplado a una computadora empleada como analizador multicanal (8192 canales).
- 2.- Preamplificador de altura de pulsos eléctricos ORTEC 570 EG&G.
- 3.- Amplificador de pulsos eléctricos ORTEC 570
- 4.- Fuente de voltaje ORTEC 459
- 5.- Graficador de datos ENTEIA modelo S10/200

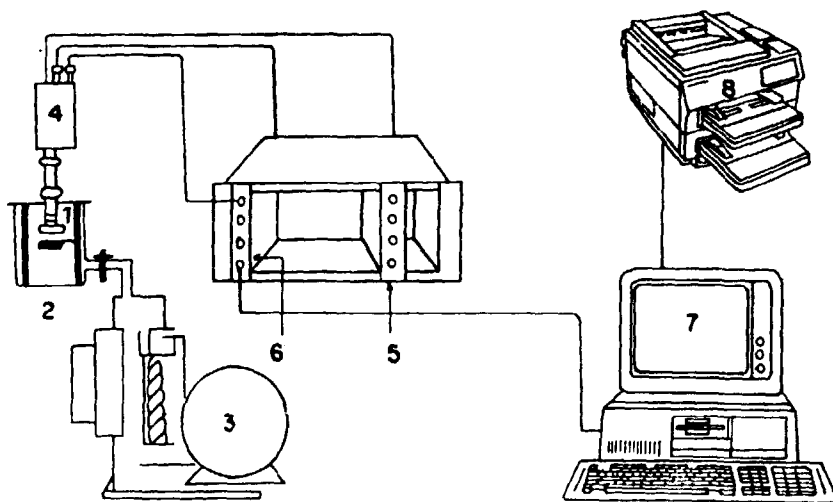


Fig. 4.- Diagrama esquemático del sistema de espectroscopía alfa, la numeración corresponde a las partes mencionadas anteriormente.

II.2 CALIBRACION DEL SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA ALFA.

El equipo de espectroscopia alfa se calibró con una muestra patrón que contiene los isótopos radiactivos de ^{239}Pu , ^{241}Am y ^{244}Cm , que emiten partículas alfa con energías de 5.16, 5.49 y 5.81 MeV respectivamente.

En la figura 5 se muestra la curva de calibración, graficando energía en función del número de canal y en la figura 6 se muestra el espectro de la fuente triple, utilizada para calibrar el equipo.

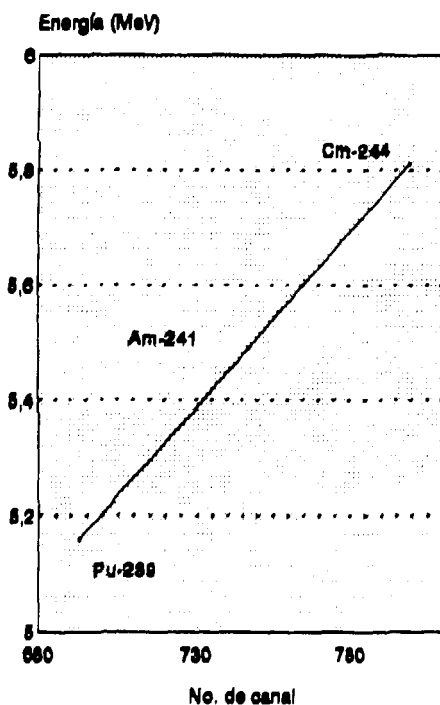


Fig. 5 Curva de calibración del sistema de espectroscopia alfa

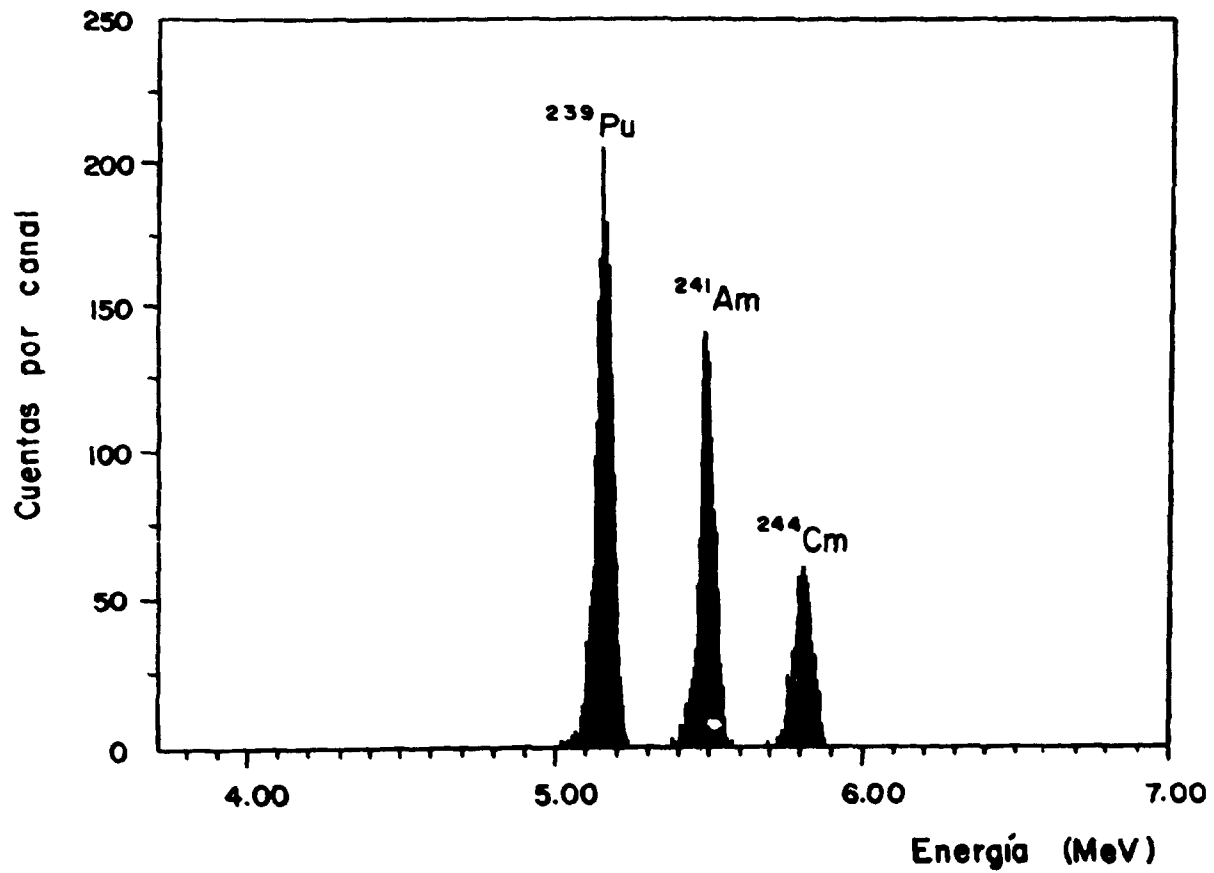


Fig. 6 Espectro alfa de la fuente triple (Pu,Am,Cm)

II.3 CALIBRACION DEL SISTEMA DE ESPECTROSCOPIA GAMMA.

El equipo de espectroscopía gamma se calibró con muestras patrón de ^{204}Tl , ^{137}Cs y ^{22}Na con energías de 70.84, 662, 511 y 1274.5 keV respectivamente.

En la figura 7 se muestra la curva de calibración y en la figura 8 se presenta el espectro gamma de esta muestra.

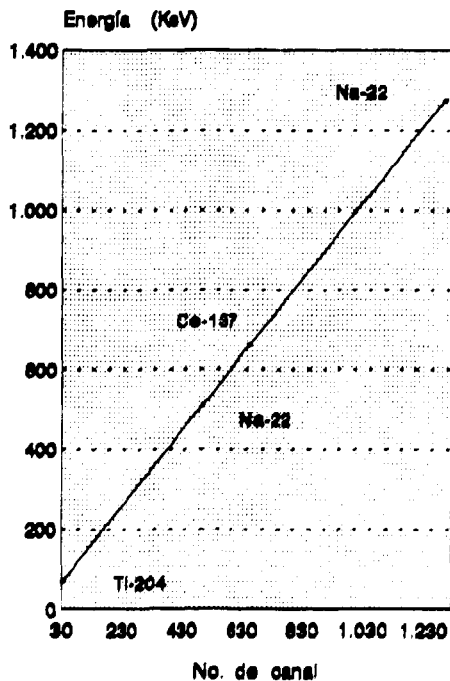


Fig. 7 Curva de calibración del sistema de espectroscopía gamma

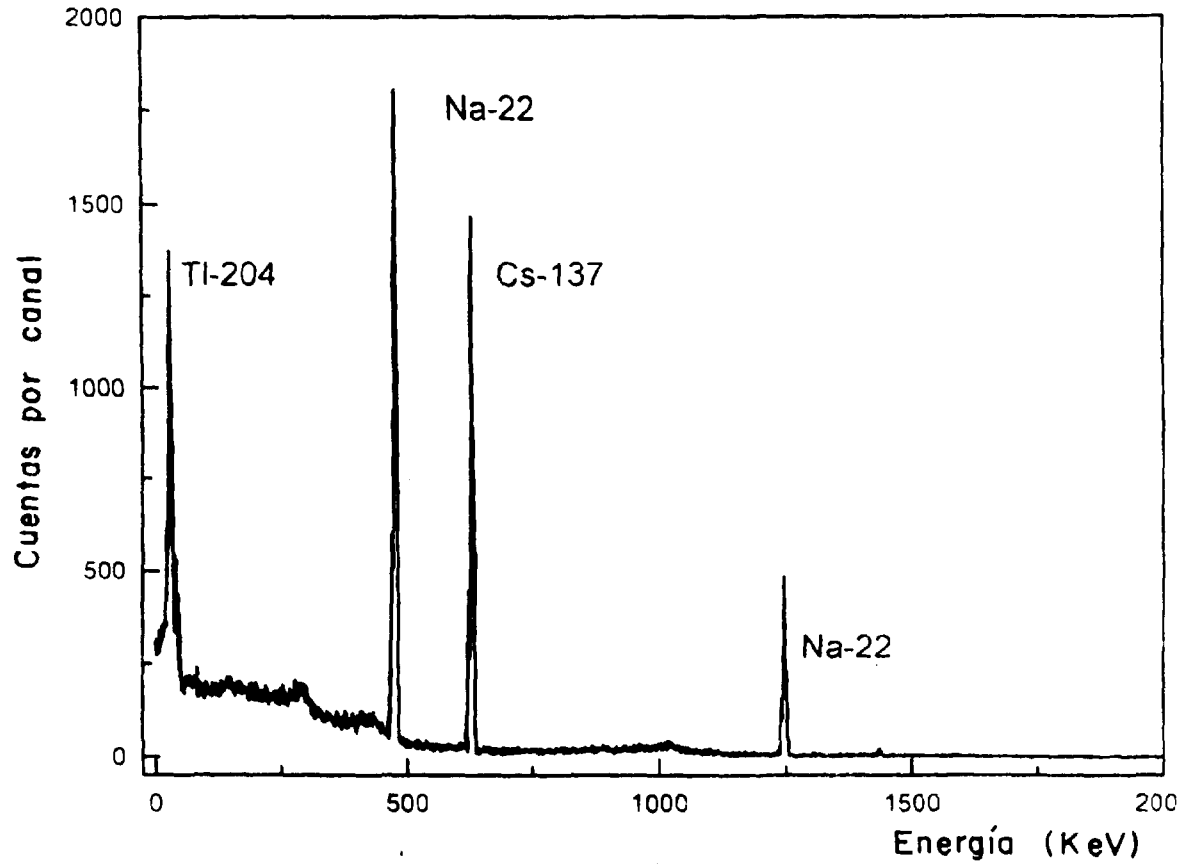
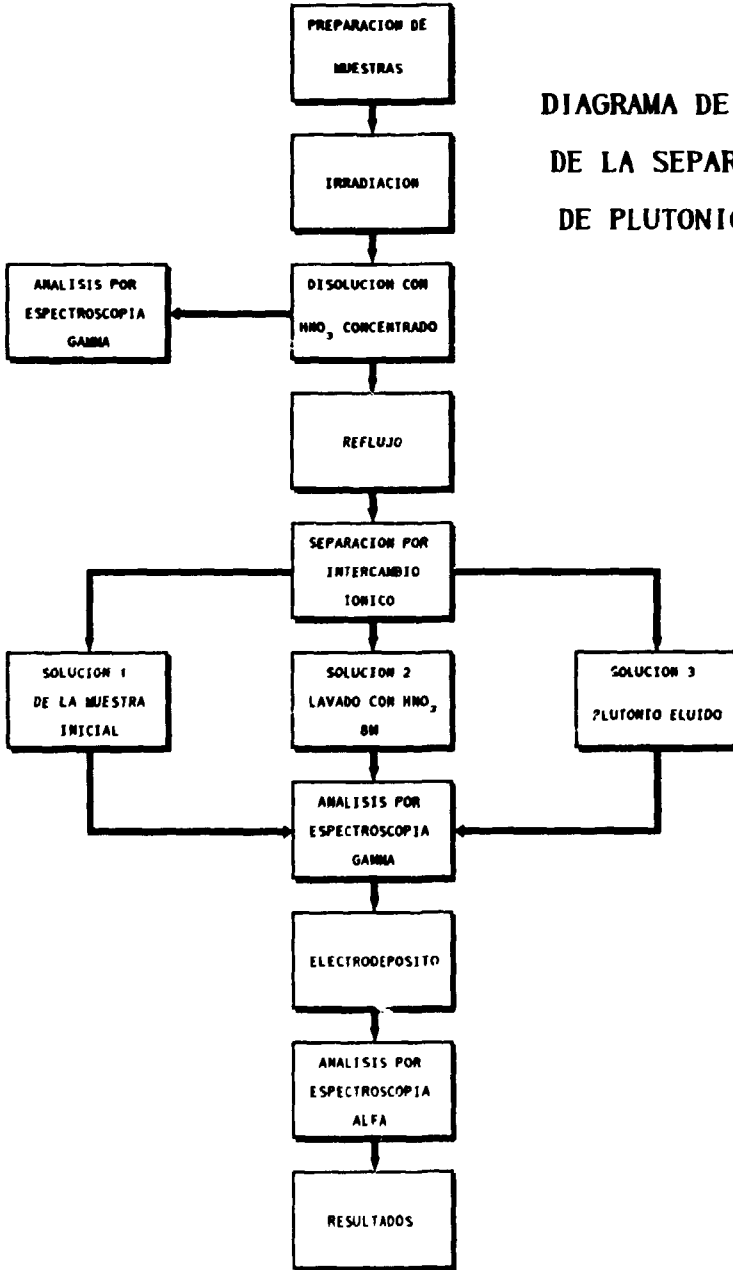


Fig. 8 Espectro gamma para la calibración del equipo

DIAGRAMA DE FLUJO
DE LA SEPARACION
DE PLUTONIO-239



II.4 PREPARACION E IRRADIACION DE LAS MUESTRAS

- 1.- Se pesaron 3 mg de uranio metálico, empobrecido en 235 y se colocaron en pequeños contenedores de polietileno.
- 2.- Los contenedores se sellaron herméticamente al calor.
- 3.- Una vez preparadas las muestras se introdujeron en bolsas de plástico, la cual fue sellada y colocada en un contenedor de aluminio de 10 cm de alto por 2 cm de diámetro.
- 4.- La irradiación de las muestras se realizó con neutrones térmicos en el sistema de irradiación de capsulas fijo (SIFCA) del Reactor Triga Mark III del Instituto Nacional de Investigaciones Nucleares; durante 10 horas con un flujo aproximado de 1×10^{13} n/cm².s

II.5 DISOLUCION Y SISTEMA DE REFLUJO

Las muestras de uranio irradiado se dejaron decaer durante un periodo de 30 a 35 días en la alberca del reactor para eliminar la presencia de neptunio-239 y para que su actividad fuera lo suficientemente baja y poderlas trabajar.

1.- Se abrieron los contenedores de aluminio donde se irradiaron las muestras de uranio y éstas se colocaron en un vaso de precipitado.

2.- Las muestras se disolvieron en 3 mililitros de HNO₃ concentrado, calentando y evaporando casi a sequedad, se les agregó otro mililitro de HNO₃ concentrado, y se contaron 300 segundos con el detector de germanio-hiperpuro, para obtener la radiactividad gamma. Luego se siguió evaporando casi a sequedad.

3.- A la muestra se le añadieron 10 mililitros de solución de HNO₃ 8M y se colocaron en un matraz redondo de 50 mililitros, después se le agregó lentamente 200 miligramos de NaNO₂.

4.- Posteriormente se puso a reflujo, durante una hora. en algunas muestras hubo desprendimiento excesivo de vapores de nitritos, los cuales fueron controlados con unas gotas de n-octanol.

II.6. SEPARACION Y PURIFICACION POR CROMATOGRAFIA DE INTERCAMBIO IONICO.

II.6.1. TRATAMIENTO DE LA RESINA Y PREPARACION DE LA COLUMNA DE INTERCAMBIO IONICO

Se pesaron 5 gramos de resina de intercambio aniónico AG-1X8 (malla; 100-200), ésta se colocó en un vaso de precipitado y se añadieron 30 mililitros de agua desionizada, se agitó ligeramente por 2 minutos. Se decantó el agua; repitiendo este lavado de 3 a 4 veces y se dejó en agua desionizada toda la noche.

Se montó una columna de vidrio provista de una llave de teflón y de un embudo de separación colocado en la parte superior como se representa en la figura 9, en la parte inferior de la columna se colocó fibra de vidrio. Se empacó con 5 cm de resina, la cual se lavó con 80 mililitros de solución de NaOH 2M, después se le adicionaron 80 mililitros de agua desionizada, y por último se lavó con 80 mililitros de HNO₃ 8M. Las soluciones pasaron por la columna a un flujo de 1 mililitro por minuto.

II.6.2 TECNICA DE SEPARACION POR INTERCAMBIO IONICO

1.- A la muestra, después del reflujo; se le agregaron 10 mililitros de una solución de HNO₃ 8M y se colocó en el embudo de separación, dejando pasar la solución por la columna. Posteriormente se le agregan 80 mililitros de HNO₃ 8M y se dejó pasar al mismo flujo. La solución se recibió en un vaso de precipitado y se identificó como: "solución uno."

2.- Para eluir al uranio y a los productos de fisión la columna se lavó con otros 100 mililitros de HNO₃ 8M, a ésta solución se identificó como: "solución dos"

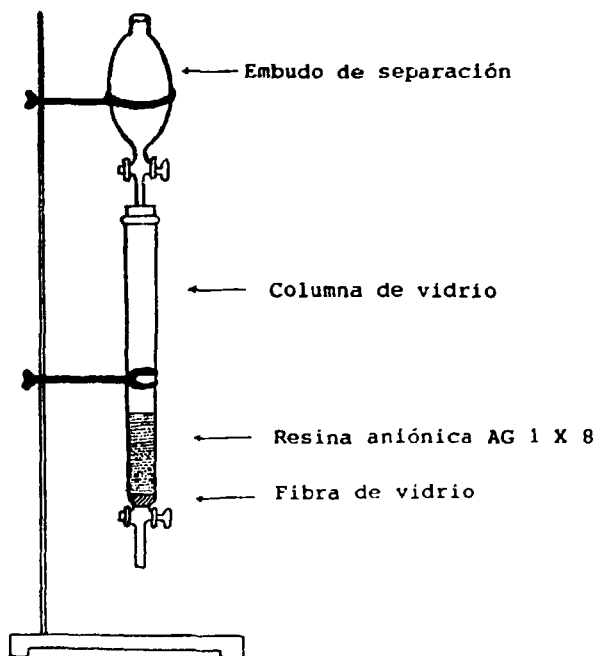


Fig. 9.- Columna utilizada para la separación por cromatografía de intercambio iónico.

3.- Finalmente se eluyó al plutonio con 80 mililitros de una solución de HNO_3 0.35M. Esta se identificó como: "solucion tres"

4.- Las tres soluciones que se obtuvieron anteriormente se redujeron de volumen por evaporación aproximadamente a 1 mililitro, a éstas se les realizó el análisis por espectrometría gamma durante 300 segundos con el detector de germanio-hiperpuro.

II.7. ELECTRODEPOSITACION

Para realizar el electrodepósito de plutonio a la solución que contenía a éste isótopo se le agregó un mililitro de solución de HNO_3 3M que se utilizó como electrólito y el pH se ajustó entre 2 y 3 con una solución de NH_4OH 2M, esta se pasó a una celda electrolítica la cual contiene un disco de acero inoxidable (cátodo), previamente pulido, y un alambre de platino (ánodo), tal como se muestra en la fig 10. A esta solución se le hizo pasar una corriente de 0.5 ampere durante una hora, el pH se midió cada 5 minutos. El disco electrodepositado, se separó del dispositivo, se lavó con agua destilada y con acetona. Esta técnica se realizó también para la solución uno y dos.

II.8. ANALISIS POR ESPECTROSCOPIA ALFA

El disco se colocó en el portamuestras que esta dentro de la cámara de vacío de manera, que quedara frente al detector a una distancia de 1-2 centímetros del detector de barrera superficial. Se generó un vacío con el fin de evitar la pérdida de energía de las partículas alfa, se realizó el conteo de las muestras hasta tener el espectro, donde se observaron los picos característicos de los isotopos de plutonio y uranio.

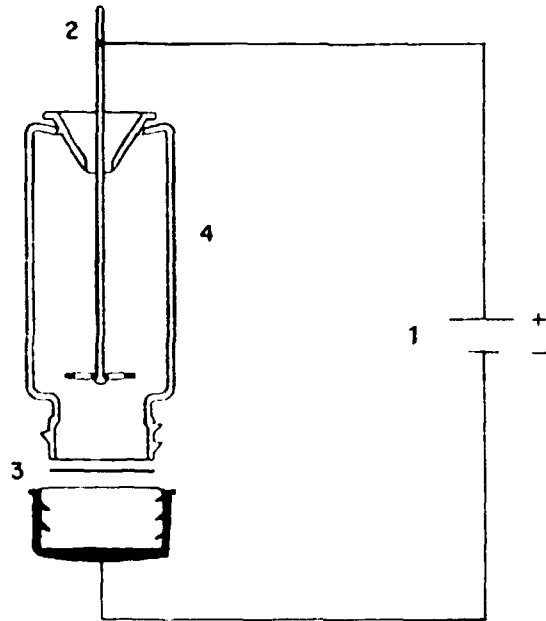


Fig. 10.- Celda electrolítica empleada para el electrodepósito

Las partes son las siguientes

- 1.- Fuente de corriente directa
- 2.- electrodo de platino (ANODO)
- 3.- Disco de acero inoxidable (CATODO)
- 4.- Celda electrolítica de vidrio

CAPITULO III

RESULTADOS Y DISCUSION

CAPITULO III

RESULTADOS Y DISCUSION

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en la separación de plutonio a partir de uranio metálico, así como los espectros alfa y gamma de las 3 soluciones que se obtuvieron en esta separación, a su vez se realiza una discusión de la técnica empleada.

III.1 ESPECTROSCOPIA ALFA Y GAMMA.

La figura 11 muestra el espectro gamma de algunos productos de fisión formados en el uranio metálico irradiado, este espectro se obtuvo después de 32 días de decaimiento. Como se puede apreciar existen diversos picos de isótopos radiactivos, los cuales son los llamados productos de fisión, solamente algunos de estos se pudieron identificar sobre todo aquellos cuya vida media es del orden de días, la identificación se realizó de acuerdo a la energía que emiten y a su vida media⁽⁴⁰⁾. En la tabla 7 se enumeran los productos de fisión que se identificaron así como sus propiedades nucleares.

ISOTOPO	VIDA MEDIA (días)	ENERGIA (KeV)
Zr-95	65.5	724,756
Ru-103	39.5	497
Ce-141	33.1	145

TABLA 7.- Productos de fisión identificados

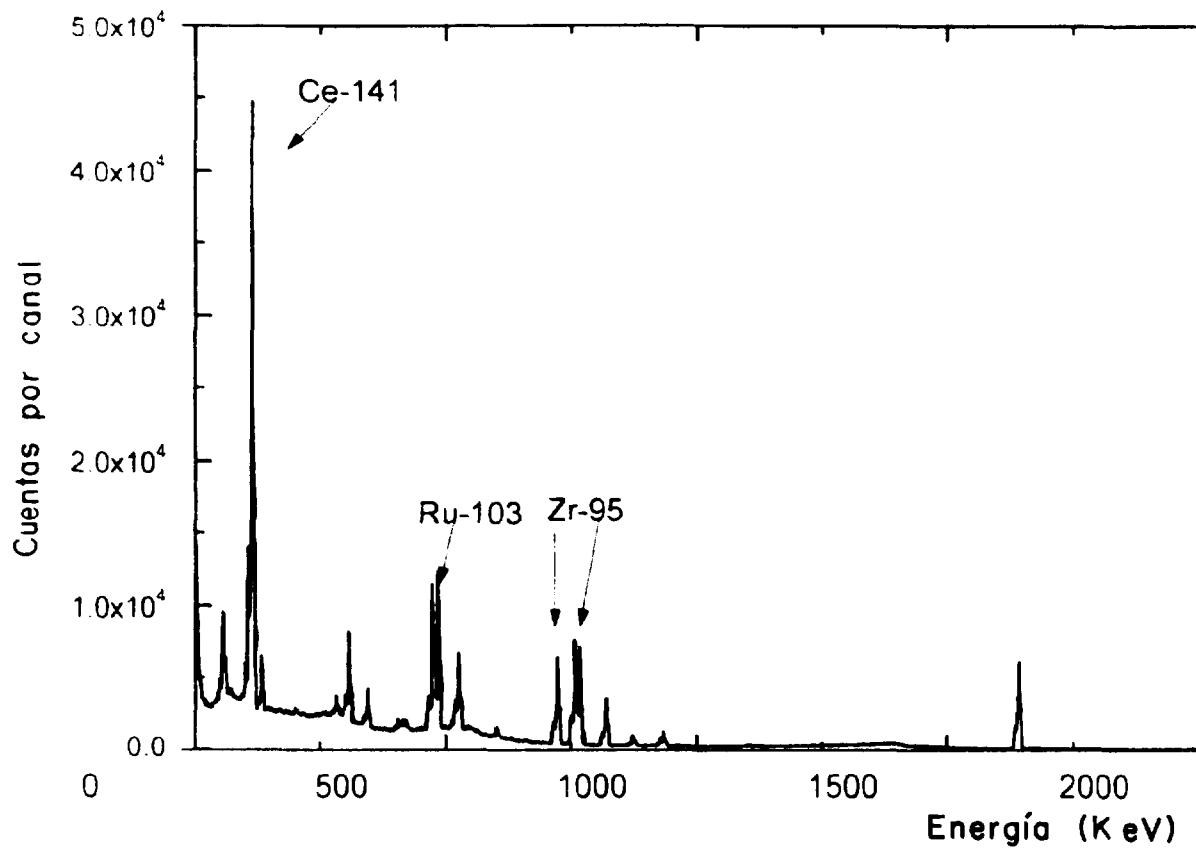


Fig. I2 Espectro gamma de la solución I

A las 3 soluciones obtenidas en la separación, se les realizó el análisis por espectroscopía tanto gamma como alfa.

El complejo aniónico formado por el plutonio fue adsorbido en la resina, mientras que el uranio y los productos de fisión quedaron disueltos en la solución de ácido nítrico 8M. En la figura 12 se muestra el espectro gamma obtenido de la solución 1 en el cual se observó que la mayor parte de la radiactividad de los productos de fisión se quedan en esta fracción, ya que si se compara este espectro con el espectro de la figura 11, se logra apreciar que es similar. En la figura 13 se muestra el espectro alfa de esta solución donde se observan 2 picos característicos que pertenecen a los isótopos de ^{234}U y ^{238}U , este análisis se realizó para esta fracción con el fin de comprobar que el plutonio se encuentra fijo en la resina, y que no pasó junto con la solución de ácido nítrico, no obstante se alcanza a observar pequeñas trazas de este elemento las cuales no se consideran significativas.

Se lavó la columna con más solución de HNO_3 , 8M. En el espectro gamma de la figura 14 muestra algunos isótopos que no se alcanzaron a separar, los cuales presentan muy poca radiactividad. Así mismo en el espectro alfa de la figura 15 los isótopos de uranio se observaron con muy baja radiactividad, con esto afirmamos que la mayoría de las impurezas tanto del uranio y los productos de fisión son separados desde que se pasó la muestra de uranio irradiado por la resina.

En la solución 3 identificada como plutonio eluido, se observó un pequeño pico con poca radiactividad gamma (figura 16), la cual no se considera significativa; por otra parte en la espectroscopía alfa se obtuvo un pico de alta resolución libre de impurezas de uranio como se observa en la figura 17. Con la técnica empleada se pudo separar al plutonio y se obtuvo libre

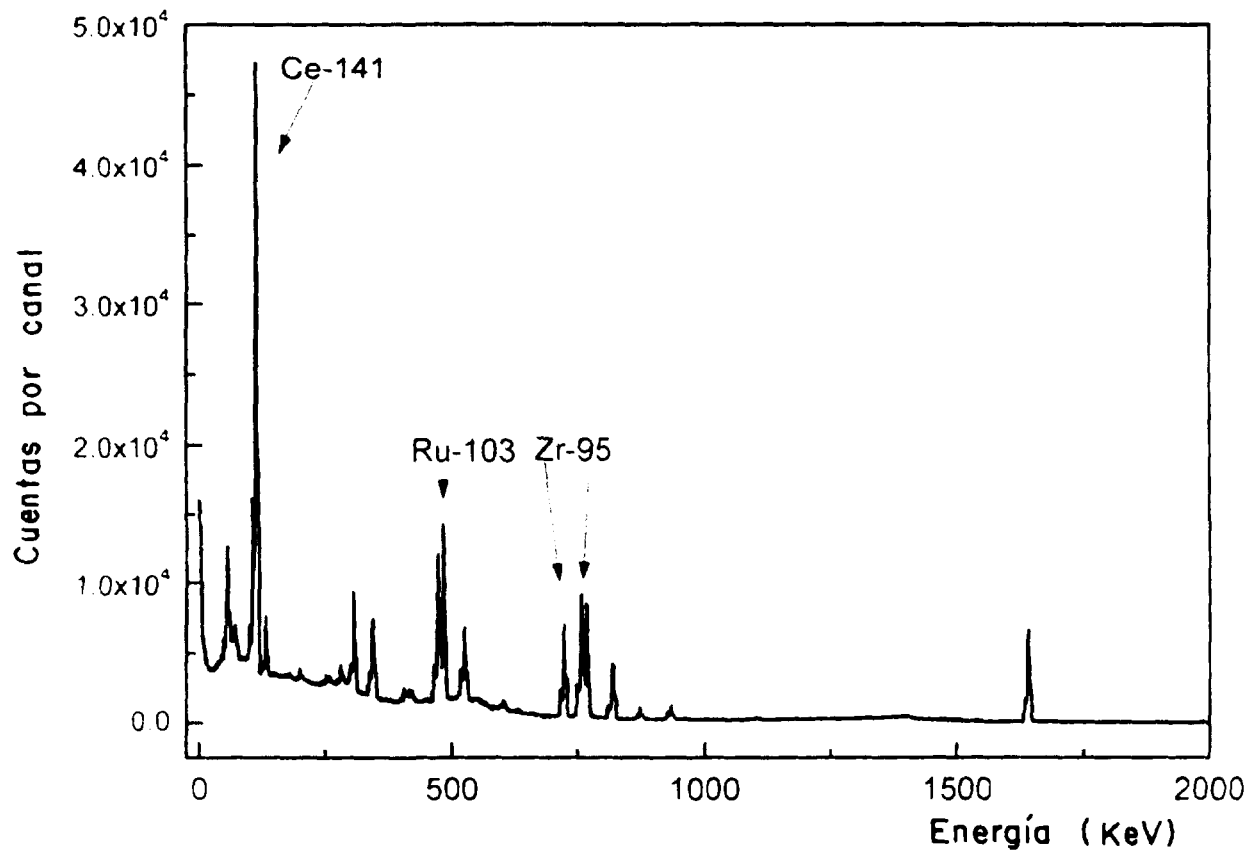


Fig. II Espectro gamma de algunos productos de fisión

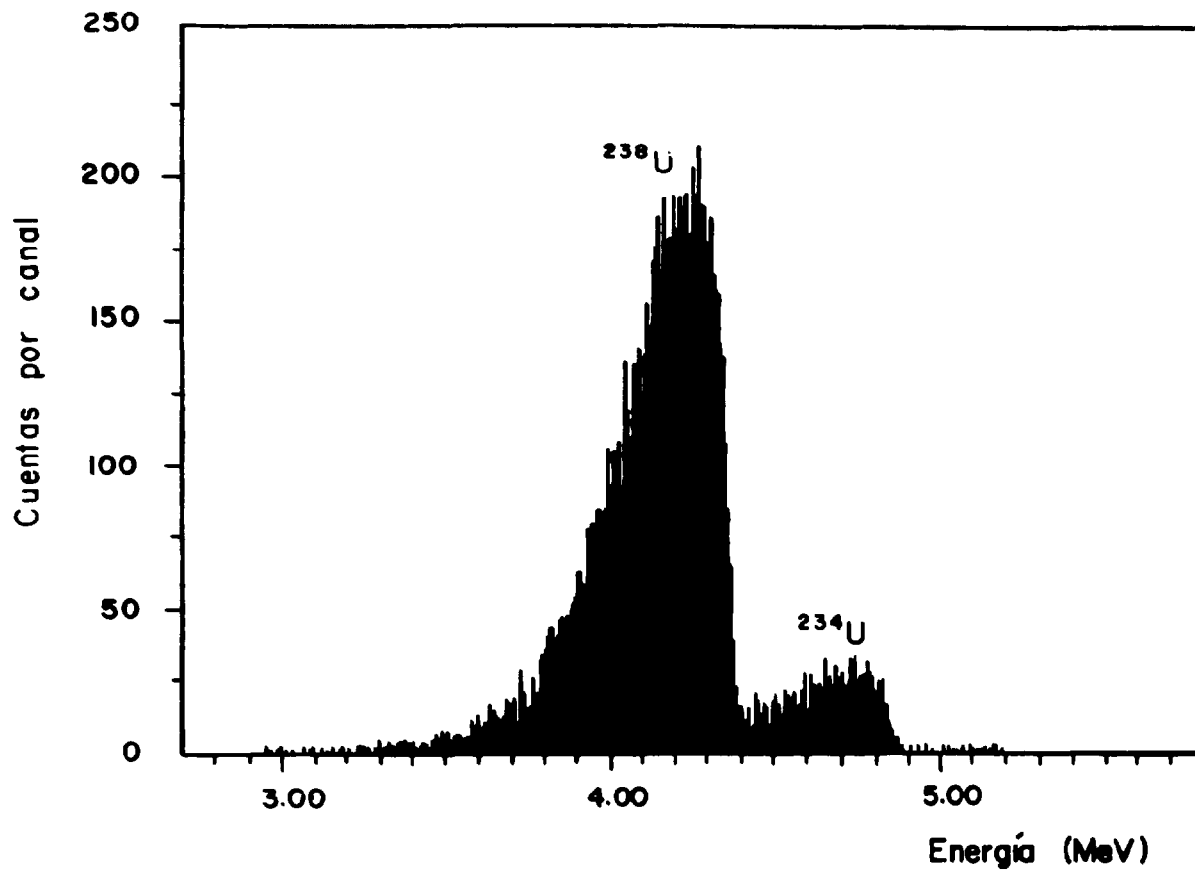


Fig. 13 Espectro alfa de la solución I (uranio eluido)

de todos los elementos de interferencia tanto de los productos de fisión como de los isótopos de uranio.

En la técnica de electrodepositación se observó un cambio del pH de la solución del plutonio con el electrólito de un medio ácido a un medio básico con el paso de la corriente después de 5 minutos. Lo que se hizo fue controlar el pH cada 5 minutos manteniéndolo aproximadamente entre 3 y 4 con unas gotas de HNO_3 3M.

Los espectros alfa donde se electrodepositó al uranio (fig. 13 y 15) presentan el fenómeno de autoabsorción. Esto se debió a que en los discos electrodepositados se formó una capa gruesa, como consecuencia de esto, las partículas alfa que están en la parte inferior de la capa del electrodepósito chocan con las que están en la parte superior, las cuales se distribuyen en campos de energía más bajos, apareciendo picos deformados con una base muy ancha y sobrepuestos. Esto no ocurrió con los espectros del plutonio ya que se logro obtener un electrodepósito de capa fina y uniforme.

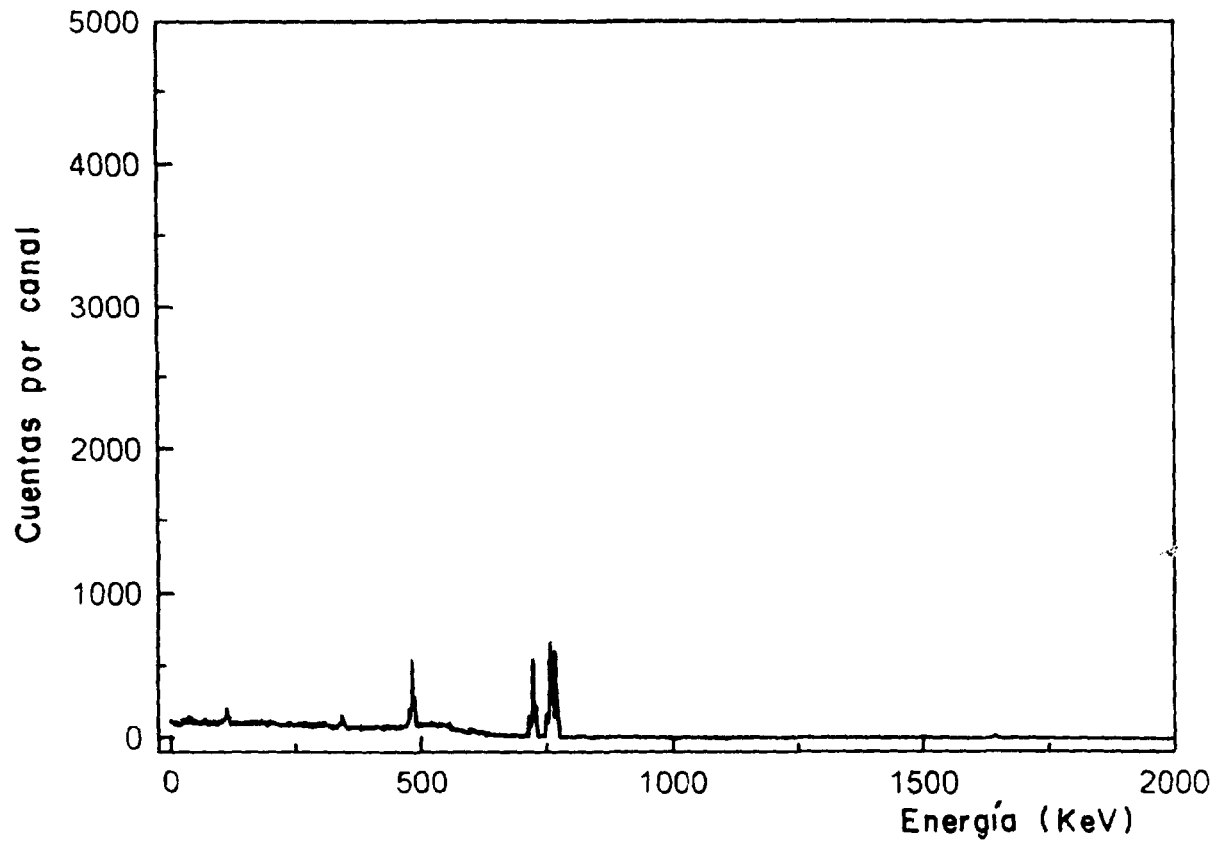


Fig. 14 Espectro gamma de la solución 2

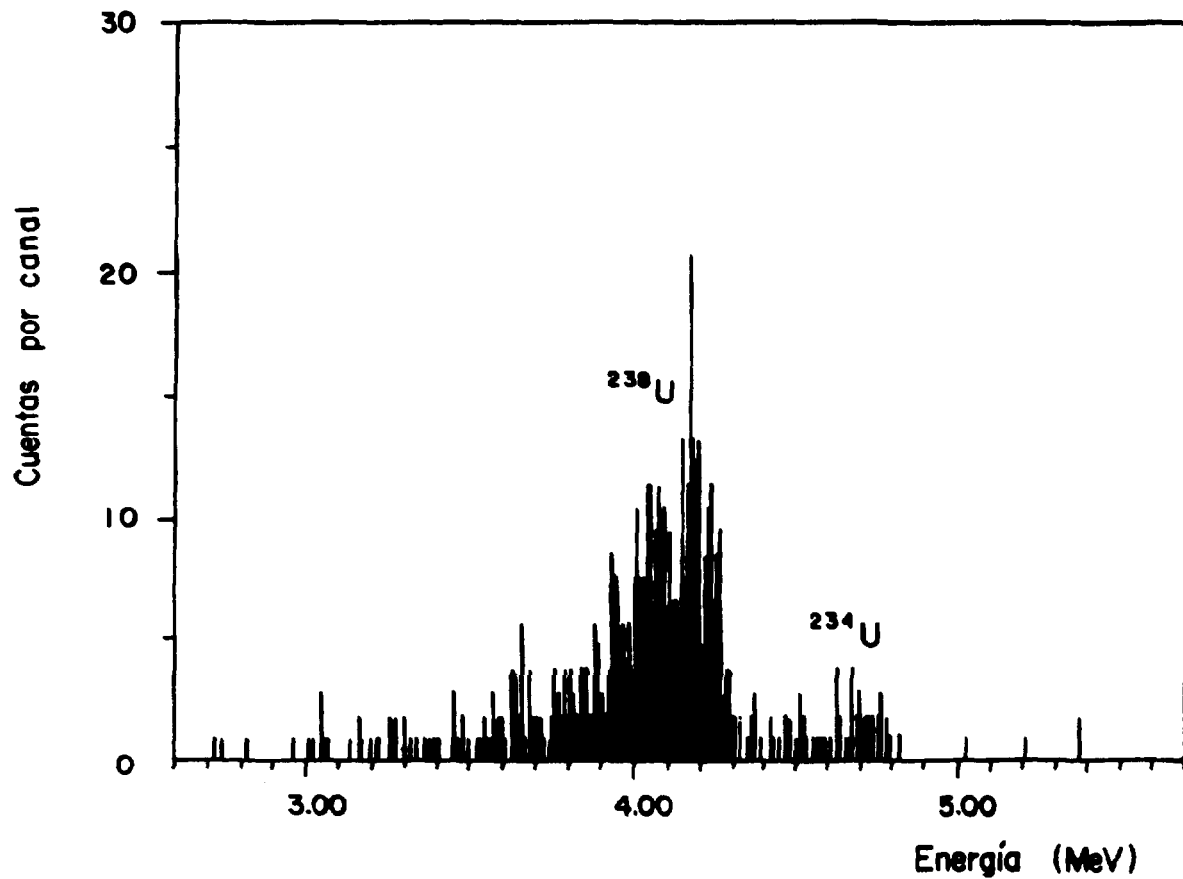


Fig. 15 Espectro alfa de la solución 2 (lavado con HNO_3 8M)

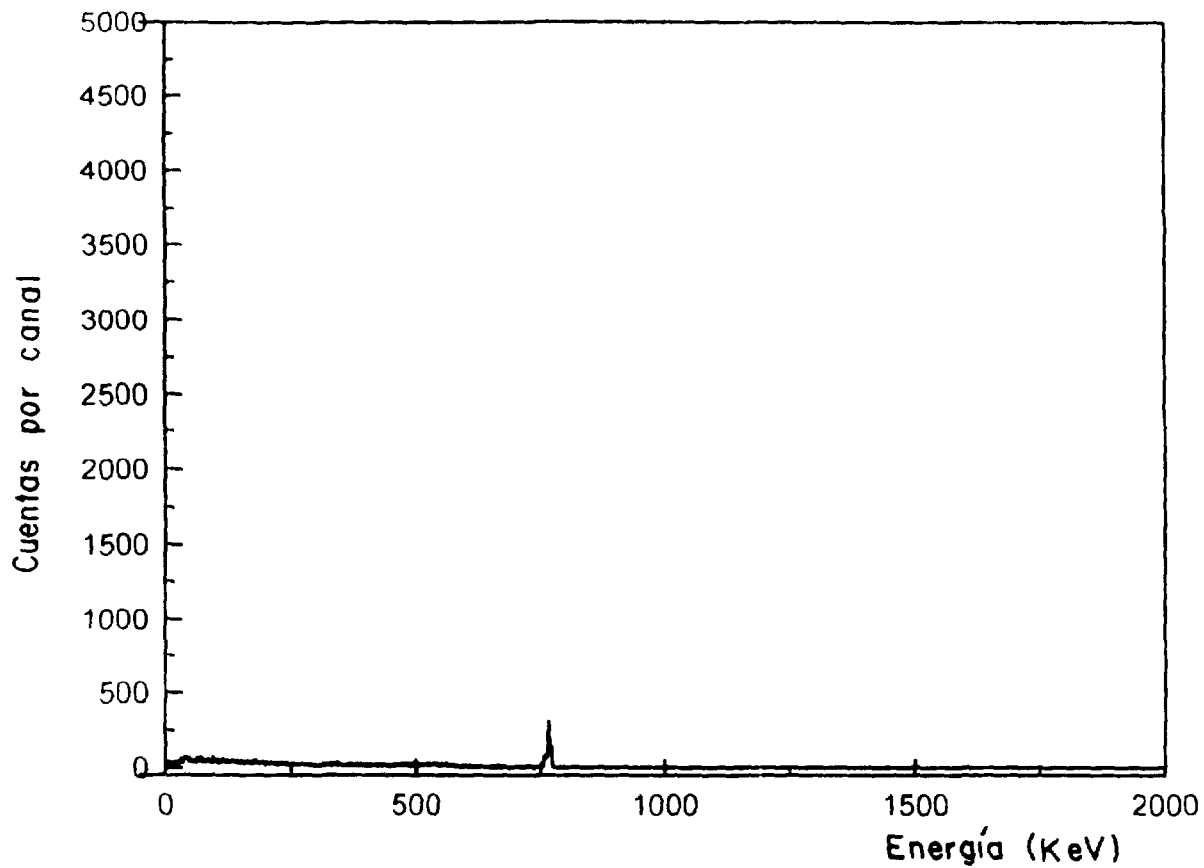


Fig. 16 Espectro gamma de la solución del plutonio

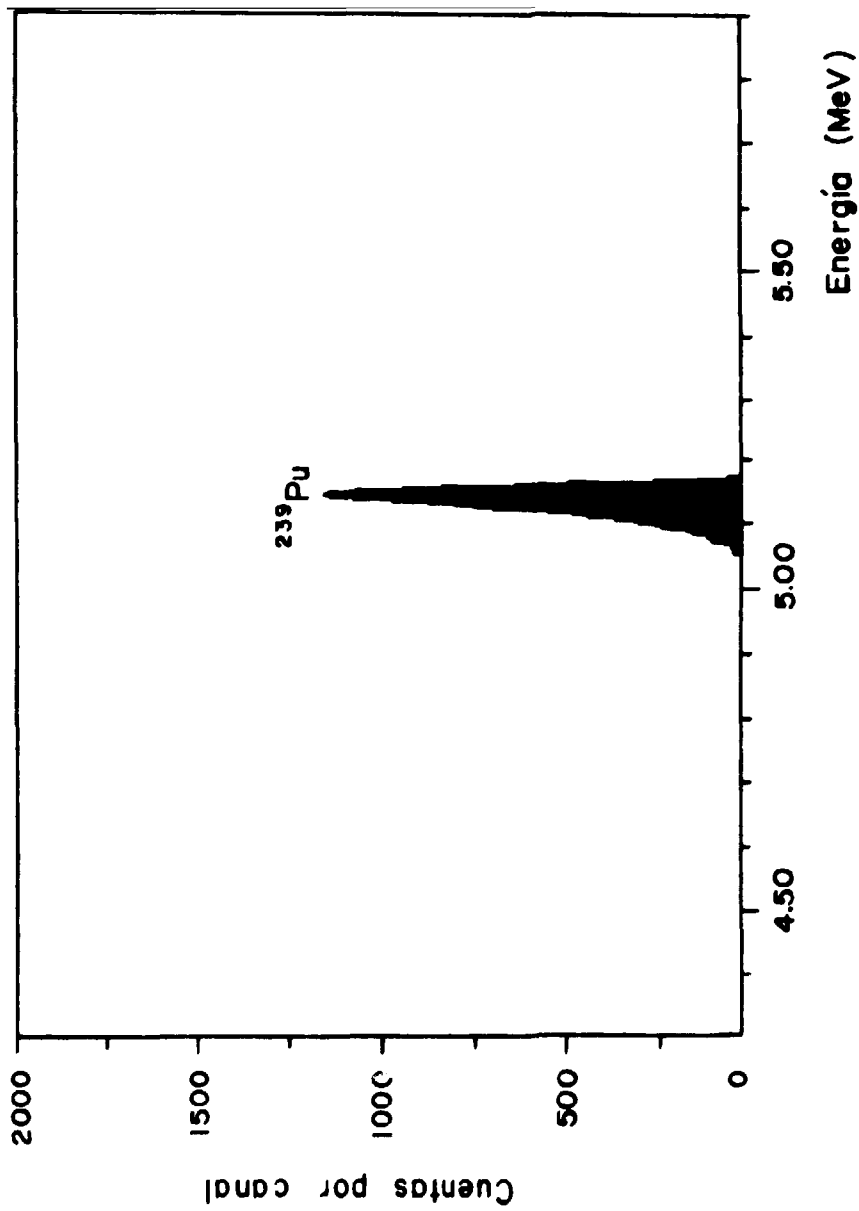


Fig. 17 Espectro alfa del plutonio

CONCLUSIONES

- 1).- EL COMPLEJO ANIONICO QUE FORMA EL PLUTONIO CON EL ACIDO NITRICO $[Pu(NO_3)_6]^-$, SE ADSORBE EN LA RESINA ANIONICA AG 1 X 8 .

- 2).- EL FLUJO OPTIMO, DE ELUCION FUE DE 1 MILILITRO POR MINUTO, A UN FLUJO MAYOR, EL PLUTONIO NO SE SEPARA COMPLETAMENTE

- 3).- LA ESPECTROSCOPIA GAMMA FUE DE GRAN UTILIDAD PARA COMPROBAR LA SEPARACION DE LOS PRODUCTOS DE FISION EN CADA UNA DE LAS SOLUCIONES OBTENIDAS.

- 4).- AL ELECTRODEPOSITAR AL PLUTONIO SE CONTROLO EL pH DURANTE LA ELECTROLISIS, Y DE ESTA MANERA SE OBTUVIERON ELECTRODEPOSITOS DE CAPA FINA, Y DE ALTA RESOLUCION.

- 5).- CON LA TECNICA UTILIZADA SE LOGRO SEPARAR Y PURIFICAR AL PLUTONIO DEL URANIO Y DE LOS PRODUCTOS DE FISION .

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

1.- Yamamoto M. "RAPID DISSOLUTION OF PLUTONIUM IN SOIL BY FUSION WITH AMMONIUM HYDROGEN SULFATE FOLLOWED BY PLUTONIUM DETERMINATION BY ION EXCHANGE AND ALFA SPECTROMETRY" J. of Radioanal. and Nucl. Chem. Articles; Vol 990/2 (1985)401-408.

2.- Joshi S.R. "ISOLATION AND ALPHA-PARTICLE SPECTROMETRIC DETERMINATION OF ^{238}Pu AND $^{239},^{240}\text{Pu}$ IN SEDIMENTS". J. of Radioanal. and Nucl. Chem. Articles, Vol 102, No. 1 (1986) 187-193.

3.- Chopin G.R. and Stout B.E., "PLUTONIUM-THE ELEMENT OF SURPRISE". Chemistry in Britain, 27(12),(1991),1126-1129.

4.- Kai M. Wong. " RADIOCHEMICAL DETERMINATION OF PLUTONIUM IN SEA WATER SEDIMENTS AND MARINE ORGANISMS", Analytica Chimica Acta, 56(1971)355-364.

5.- Norton Y. Chu "PLUTONIUM DETERMINATION IN SOIL BY LEACHING AND ION-EXCHANGE SEPARATION" Analytical Chemistry, Vol 43, No 3, pp 449-452, March 1971.

6.- Hölgye Z. "DETERMINATION OF PLUTONIUM IN FECES AND URINE." Appl. Radiat. Isot. Vol 37 No. 10 pp 1015- 1018, 1986.

7.- Attrep Moses, Roensch F. R., Aguilar R. and Fabryka-Martin J. "SEPARATION AND PURIFICATION OF PLUTONIUM IN URANIUM ORES FOR SPECTROMETRIC MEASUREMENT." Radiochimica Acta 57(1992)15-20.

8.- Yu-Fu Yu, Helge E. and Brit Salbu. "DETERMINATION OF PLUTONIUM-239 + PLUTONIUM-240 AND PLUTONIUM-241 IN ENVIRONMENTAL SAMPLES USING LOW- LEVEL LIQUID SCINTILLATION-ESPECTROMETRY". Analyst. march 1992, vol 117, pp 439-442.

9.- Kimura T. Kobayashi Y, Akatsu J. "SEPARATION AND DETERMINATION OF NEPTUNIUM, PLUTONIUM, AND AMERICIUM USING COPRESIPITATION WITH BARIUM SULFATE" Radiochimica Acta 39(1986)179-183

10.- Schwendiman L.C. and J.W. Healy; A/CONF-15/P/759/ (1958)

11.- Smales A.A., Airey C., Walton N. G., Brook R.O.R. AERE C/R - 533 (1950)

12.- Ruikar P.B., Nagar M.S., Pai S.A. "EXTRACTION OF URANIUM (VI) AND PLUTONIUM (IV) WITH SOME TIME ALIPHATIC AMIDES " J. of Radioanal. and Nucl. Artycles Vol 150, No. 2 (1991)473-481

13.- Chourasiya G., Aggarwal S.N., Duggal R. K., Singh C.P., Rawat A.S., Jain H.C. "DETERMINATION OF THE PLUTONIUM CONCENTRATION BY ISOTOPE DILUTION ALPHA SPECTROMETRY USING TTA EXTRACTION AND DROP DEPOSITED SOURCES" Radiochimica Acta Vol 36 (1984) 187-190.

14.- Burcik I., Mikulaj V. "SEPARATION OF THORIUM, URANIUM AND PLUTONIUM BY NEUTRAL AND BASIC ORGANIC EXTRACTANTS" J. Radioanal. Nuclear, chem. Articles, Vol 150 No. 2 (1991) 247-253.

15.- Mitapara P.D., Manchadnda V.K., Natarajan P.R. "EXTRACCION STUDIES OF Pu(IV) WITH OCTYLPHENYL ACID PHOSPHATE." J. of Radioanal. and Nucl. Chem. Articles, 83/2 (1984) 301-307.

16.- Hölgge Z. "DETERMINATION OF PLUTONIUM IN SOIL" J. of Radioanal. and Nucl. Chem. Articles. Vol 149, No 2 (1991) 275-280.

17.- Hölgge Z., Burcik I. "CONTRIBUTION TO THE ANALYSIS OF PLUTONIUM ORIGINATED FROM THE CHERNOBYL ACCIDENT IN SOIL " J. Radioanal. Nucl. CHEM; LETTERS 165(3)(1992)185-190.

18.- Navratil James D. "EVALUATION OF ANION EXCHANGE RESINS FOR PRE-ANALYSIS SEPARATION OF ACTINIDES" Report 1977, RFP-2682. Rockwell International Division Rocky Flats Plant Golden, Colorado.

19.- Durham R.W. and Mills R. "THE ABSORTION OF PLUTONIUM BY ANION RESINS" AECL, CEI-55. Atomic Energy of Canada, Chalk River, Ontario. November 1953.

20.- Ryan J.L. "SPECIES INVOLVED IN THE ANION- EXCHANGE ABSORTION OF QUADRIVALENT ACTINIDE NITRATES." J. Phys. Chem. 64(1960)1375-1385.

21.- Velsecky J.C. "PROBLEMS IN THE DETERMINATION OF PLUTONIUM IN BIOASSAY AND ENVIRONMENTAL ANALYSIS". Analytica Chimica Acta, 90(1977)1-14.

22.- "SAFE HANDLING OF PLUTONIUM" a panel report, safety series No. 39, International Atomic Energy Agency, Viena. 1974. pp. 3-12, 17-21.

23.- H. Coleman George, "THE RADIOCHEMISTRY OF PLUTONIUM", National Academy of Sciencies, NAS-NS 3058. pp 4-6, 85-94, 102-104.

24.- Wick O.J. "PLUTONIUM HANDBOOK" a Guide to the Tecnology Volume I, 1967 pp 31-41, 327-331.

25.- Parker H.M.; "PLUTONIUM-HEALT IMPLICATIONS FOR MAN CLOSING REMARKS AND FINAL DISCUSSION". Health Physics 1975 vol. 29 pp 627-632.

26.- James E. Grindler " THE RADIOCHEMISTRY OF URANIUM"
National Academy of SCIENCES; NAS-NS 3050, pp 5-9, 14-15, 19-23.

27.- Technical Reports Series 284 " GEOCHEMICAL EXPLORATION
FOR URANIUM" Ed. International Atomic Energy Agency I.A.E.A.
Viena (1988) pp 3-20

28.- Galkin, N.P., Mairov A.A. International Series of
monographs on nuclear energy. "THE TECNOLOGY OF THE TREATMENT OF
URANIUM CONCENTRATES" Volumen I. Ed. Macmillan Company. New York.
(1963), pp xii, 10-17.

29.- Romero Guzmán Elizabeth Teresita "RECUPERACION DE
URANIO EN ROCA FOSFORICA Y SUS DERIVADOS" Tesis de licenciatura;
UAEM, Toluca, Edo. de México. 1992. pp 15-21.

30.- TRIGA MARK III. Reactor mechanical Maintence and
operating manual for Comisión Nacional de Energía Nuclear de
México. Gulf General Atomic I.N.C. 1968.

31.- Ponce M. A. "EL REACTOR TRIGA MARK III DEL CENTRO
NUCLEAR DE MEXICO." 5ª serie de divulgación ININ. México 1980.

32.- Mendoza Flores Jesus "SEPARACION Ra/Ca POR INTERCAMBIO
IONICO"; Tesis de licenciatura, UAEM. Toluca, Edo. de México. pp
5-7.

33.- Abbott, D.; R.S., Andrews. "INTRODUCCION A LA
CROMATOGRAFIA " Editorial Alhambra, S.A. 2ª Edición España. (1970)
pp 20-25.

34.- Martínez Tarango Silvia. "OBTENCION DEL Ac-227 A PARTIR
DE MINERALES URANIFEROS." Tesis de técnico en químico industrial,
CONALEP, Lerma, Edo. de México. 1991.

35.- Ramón García-Pelayo Gross " ENCICLOPEDIA DE LAS CIENCIAS, LAROUSSE" Tomo II Física pp. 126-127.

36.- Gran Diccionario Enciclopedico Ilustrado SELECCIONES DEL READER'S DIGEST pp. 126-127.

37.- Talvitie N.A. "ELECTRODEPOSITION OF ACTINIDES FOR ALPHA SPECTROMETRIC DETERMINATION" Analytical Chemistry, Vol. 44 No. 2, pp 280-283, February 1972.

38.- Glover K.M. "ALPHA-PARTICLE SPECTROMETRY AND ITS APLICATIONS" J. Apl. Radiat. Isot. Vol. 35, No. 4, pp. 239-250 (1984)

39.- Ordoñez R.E. "PREPARACION DE FUENTES FINAS DE URANIO PARA ESPECTROSCOPIA ALFA" Rev. Soc. Quím. Méx. Vol 30, No. 2 (1986) pp. 84-86.

40.- Lederer M. C.; J.M. Hollander, y I. Perlman. "TABLES OF ISOTOPES" Jhon Wiley & Sonc. Inc. 6th edition, New York (1968).



Perla

Raimundo Caballero C.

REPÚBLICA DE CUBA No. 99 - 5
CENTRO HISTÓRICO

MEXICO, D. F. C. P. 06010
TEL. 521 - 3655