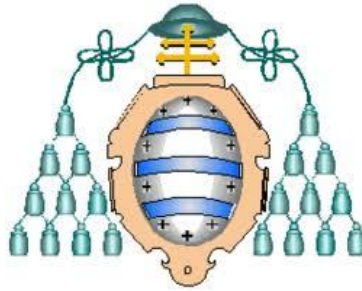


**Universidad de Oviedo**

**DEPARTAMENTO DE EXPLOTACIÓN Y PROSPECCIÓN DE MINAS**

**PROGRAMA DE DOCTORADO: MINERÍA, OBRA CIVIL Y MEDIO AMBIENTE**

**ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA  
CÍCLICA PARA LA DETERMINACIÓN  
DEL CONTENIDO EN FLÚOR DE  
MUESTRAS DE MINERAL DE  
FLUORITA**



*Autor: M<sup>a</sup> Pilar Castro García*

*Director: Dña. Teresa Alonso Sánchez*

*Director: D. Miguel Ángel Rey Ronco*

*Oviedo, Marzo 2012*



ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA PARA LA DETERMINACIÓN DEL  
CONTENIDO EN FLÚOR DE MUESTRAS DE MINERAL DE FLUORITA

Castro-García M.P.

*A mis padres y hermanos.*



## AGRADECIMIENTOS:

Quiero dar las gracias a todas las personas e instituciones que de alguna manera han colaborado en el desarrollo de esta tesis:

En primer lugar, a mis directores de tesis Dña. Teresa Alonso Sánchez y D. Miguel Ángel Rey Ronco por la confianza que han depositado en mí, por su paciencia, apoyo incondicional, orientación, seguimiento y supervisión no solo de esta tesis sino de todos los trabajos que han surgido durante estos años, pero sobre todo quiero agradecerles el permitirme entrar en sus vidas, gracias.

Quisiera hacer extensiva mi gratitud a mis compañeros Germán Marcos Robredo y Francisco José Carnero Rodríguez por su colaboración en las tareas de rediseño del prototipo automático, entre otros.

A Emilio Castro García por elaborar el programa de control entre los detectores y el motor lineal.

Gracias también a mis queridos compañeros Desirée Arias Penas y Jorge Montes Gutiérrez por su apoyo moral y su disposición para ayudar en cualquier tarea.

A Mirenchu por los buenos momentos que me hace pasar en el café y también por sus ánimos y optimismo.

En general, quiero agradecer el apoyo brindado a cada uno de los compañeros y amigos que constituyen el equipo de investigación *Q-Thermie*. Sois los mejores.

Mi gratitud, para Nicholas Callaway por su disposición a ayudarme en las tareas de traducción aunque no le avise con mucho tiempo.

A José Alonso Sánchez, Director de la empresa MINERSA, por su apoyo incondicional. Sus ideas y opiniones, están reflejados en aspectos cruciales de esta tesis.

También quiero dar las gracias a Nuria Blanco Moro y Diego Alonso García, de la empresa MINERSA, por su colaboración en la recogida y análisis químicos de las muestras.



A José Miguel Saenz Rodrigo, investigador de DERIVADOS DEL FLÚOR S.A., por explicarme detalladamente los métodos químicos existentes para la determinación del flúor en una planta de concentración mineral.

Un agradecimiento muy especial merece la comprensión, paciencia y el ánimo recibidos de mis padres M<sup>a</sup> Pilar García Gómez y Emilio Castro López, mis hermanos M<sup>a</sup> Dolores Castro García y Emilio Castro García, y como no, a mis amigos.

Finalmente, quiero agradecer al Gobierno del Principado de Asturias, por subvencionar este trabajo, con cargo a fondos provenientes del Plan de Ciencia, Tecnología e Innovación del Principado de Asturias.

GRACIAS A TODOS.



## RESUMEN:

Esta tesis trata de un método de laboratorio para la determinación del contenido en flúor en muestras de espato flúor procedentes de distintos puntos de una planta de concentración.

El método está basado en la técnica de activación neutrónica, y ya fue estudiado previamente en una tesis doctoral titulada “*Desarrollo de un método rápido basado en técnicas de activación neutrónica para la determinación del contenido en flúor de muestras de mineral de fluorita*” (Universidad de Oviedo, 2007). Consiste en exponer la muestra de espato flúor a la emisión de neutrones procedentes de una fuente de Americio-Berilio y provocar la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$ . El producto de la reacción es radiactivo y decae con un tiempo de decaimiento de 7,13 s, emitiendo una radiación gamma característica de 6,128 MeV. La radiación gamma es directamente proporcional al contenido en flúor y éste solo se encuentra en la fluorita. Por lo tanto, la intensidad de la radiación gamma es directamente proporcional a la ley de fluorita en la muestra. Siguiendo las recomendaciones previas formuladas en la tesis anterior, se ha elaborado un nuevo equipo de laboratorio de manera que se pueda realizar un proceso de activación de varios ciclos iguales de activación y lectura, con tiempos de activación, lectura y desplazamiento de la muestra controlados en milisegundos. Por otra parte, se ha empleado, además del detector NaI utilizado en experimentos anteriores, un detector de radiación gamma del tipo BGO.

El nuevo prototipo dispone de un motor lineal que permite controlar de forma precisa la posición y el movimiento de la muestra, y se ha modificado la disposición del portamuestras que sigue conservando la forma cilíndrica, pero ahora tiene el eje horizontal para facilitar su desplazamiento. Este cambio de geometría ha supuesto un empeoramiento de la respuesta respecto al prototipo anterior. Sin embargo, la realización de la activación cíclica y el uso del detector BGO hacen que el resultado final de la activación cíclica sea superior a la activación única con el prototipo original.



Se ha modelizado y diseñado un proceso de activación cíclica caracterizado porque el primer ciclo de activación es diferente al resto, buscando optimizar la intensidad de la radiación gamma. Se ha contrastado este modelo con los resultados experimentales, y se ha comprobado que son similares y mejores que con la activación cíclica de ciclos iguales.

Se ha alcanzado, con las mejoras realizadas en el prototipo y en el experimento, una excelente correlación entre la ley de las muestras según el análisis químico y según el análisis de activación neutrónica con coeficientes de correlación superiores a 0,99

**PALABRAS CLAVE:**

Activación neutrónica, activación neutrónica cíclica, flúor, fluorita, espato flúor, detección de rayos gamma



## ABSTRACT:

This thesis discusses a laboratory method for determining fluorine grade in fluorspar samples from different parts of a concentration plant.

This methodology is based on the use of neutron activation, and has previously been studied in the dissertation, “*Desarrollo de un método rápido basado en técnicas de activación neutrónica para la determinación del contenido en flúor de muestras de mineral de fluorita*” (University of Oviedo, 2007). It consists of exposing a sample of fluorspar to emissions from an Americium-Beryllium source in order to cause the reaction  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$ . The product of this reaction is radioactive, with a decay time of 7.13 s, and emits characteristic gamma rays of 6.128 MeV. The level of gamma radiation is directly proportional to the fluorine grade, and fluorine is only found in fluorite. As such, the intensity of the gamma rays is directly proportional to the fluorite grade in the sample. Based on the recommendations made in the previous thesis on this subject, new laboratory equipment was devised in order to achieve an activation cycle with several equal activation and counting cycles, in which activation, counting and move times were controlled down to the milliseconds. Also, in addition to the NaI detector used in previous experiments, a BGO gamma ray detector was employed as well.

The new prototype is equipped with a linear motor, which makes it possible to control the sample's position and movement with increased precision. The position of the sample carrier has also been modified; it is still cylindrical, but is now on a horizontal axis, making it easier to move. This change in geometry was actually worse for the response than that of the previous prototype. However, the use of both cyclic activation as well as the BGO detector have made for a better end result than the original prototype achieved using the single activation process.

The cyclic activation process modeled and designed in this thesis is characterized by an initial activation cycle that is different from subsequent cycles, in order to optimize the intensity of the gamma rays. This model was contrasted with the



experimental results, and it was found that they are similar, and better than the results of cyclic activation using equal cycles.

Due to the improvements made to the prototype and the experiment, an excellent correlation was found between the grade of the samples based on chemical analysis on the one hand, and on neutron activation analysis on the other, with correlation coefficients above 0.99.

**KEYWORDS:**

Neutron activation, cyclic neutron activation, fluorine, fluorite, fluorspar, gamma ray detection.





## **TABLA DE CONTENIDOS**

<b>1</b>	<b><i>INTRODUCCIÓN</i></b> .....	<b>1</b>
<b>2</b>	<b><i>OBJETIVOS</i></b> .....	<b>5</b>
<b>2.1</b>	<b>Conceptos básicos sobre el análisis de activación neutrónica</b> .....	<b>5</b>
2.1.1	Técnicas de activación neutrónica. Análisis convencional y cíclico .....	5
2.1.2	Tipos de reacciones de los neutrones con la materia .....	13
2.1.2.1	Tipos de fuentes .....	14
2.1.2.1.1	Reactores de neutrones .....	15
2.1.2.1.2	Generador de neutrones .....	19
2.1.2.1.3	Fuentes isotópicas .....	22
2.1.2.2	Tipos de detectores de radiación gamma .....	25
2.1.2.2.1	Detectores de ionización gaseosa .....	28
2.1.2.2.2	Detectores de centelleo o escintilométricos .....	31
2.1.2.3	Elementos asociados a los detectores de radiación .....	37
2.1.2.3.1	Fotomultiplicador .....	38
2.1.2.3.2	Preamplificador .....	39
2.1.2.3.3	Amplificador .....	41
2.1.2.3.4	Analizador multicanal .....	42
2.1.2.3.4.1	Convertidores analógico digital Wilkinson .....	42
2.1.2.3.4.2	Convertidores de aproximaciones sucesivas (SAR) .....	43
2.1.2.3.5	Analizador multicanal (MCA) .....	45
2.1.3	Factores que afectan al análisis de activación neutrónica .....	45
2.1.4	Ventajas del análisis por activación .....	47
<b>3</b>	<b><i>ANTECEDENTES</i></b> .....	<b>49</b>
<b>3.1</b>	<b>Método de activación neutrónica</b> .....	<b>49</b>
<b>3.2</b>	<b>Método de activación neutrónica cíclica</b> .....	<b>58</b>
<b>3.3</b>	<b>Método de activación neutrónica en continuo en la industria</b> .....	<b>69</b>
<b>3.4</b>	<b>Método de activación neutrónica en sondeos mineros</b> .....	<b>84</b>



<b>3.5</b>	<b>Resultados previos del equipo de investigación .....</b>	<b>93</b>
3.5.1	Equipamiento anterior (2007).....	96
3.5.1.1	Equipos básicos (2007).....	97
3.5.1.2	Prototipo manual (2007).....	99
3.5.1.3	Funcionamiento del prototipo (2007).....	101
3.5.2	Muestras de espato flúor (2007).....	102
3.5.3	Medidas experimentales (2007) .....	103
3.5.3.1	Experimento 1-2007.....	103
3.5.4	Análisis y conclusiones previas (2007). Diseño teórico de la activación cíclica simétrica	104
<b>4</b>	<b><i>METODOLOGÍA.....</i></b>	<b><i>112</i></b>
<b>4.1</b>	<b>Equipamiento actual (2011) .....</b>	<b>113</b>
4.1.1	Equipos básicos .....	113
4.1.1.1	Fuente de neutrones.....	113
4.1.1.2	Detectores de centelleo .....	113
4.1.1.3	Multicanales (MCA).....	114
4.1.1.4	Software Genie 2000.....	115
4.1.1.5	Motor lineal.....	116
4.1.1.6	Programa para el control simultáneo del movimiento del motor y adquisición de registros radiactivos .....	118
4.1.2	Comprobación y calibración de la instrumentación .....	119
4.1.3	Prototipo automático.....	124
4.1.4	Funcionamiento del prototipo .....	133
<b>4.2</b>	<b>Muestras de espato flúor (2011) .....</b>	<b>134</b>
<b>4.3</b>	<b>Diseño de los experimentos (2011) .....</b>	<b>139</b>
<b>5</b>	<b><i>RESULTADOS EXPERIMENTALES (2011).....</i></b>	<b><i>140</i></b>
<b>5.1</b>	<b>Serie 1.....</b>	<b>144</b>
5.1.1	Experimento 1-2011.....	144
5.1.2	Experimento 2-2011.....	145
5.1.3	Experimento 3-2011.....	146



5.1.4	Experimento 4-2011.....	146
<b>5.2</b>	<b>Serie 2.....</b>	<b>147</b>
5.2.1	Experimento 5-2011.....	147
5.2.2	Experimento 6-2011.....	148
5.2.3	Experimento 7-2011.....	149
<b>5.3</b>	<b>Serie 3.....</b>	<b>149</b>
5.3.1	Experimento 8-2011.....	149
5.3.2	Experimento 9-2011.....	150
5.3.3	Experimento 10-2011.....	151
5.3.4	Experimento 11-2011.....	151
<b>5.4</b>	<b>Serie 4.....</b>	<b>152</b>
5.4.1	Experimento 12-2011.....	152
<b>5.5</b>	<b>Serie 100.....</b>	<b>153</b>
5.5.1	Experimento 13-2011.....	153
5.5.2	Experimento 14-2011.....	154
5.5.3	Experimento 15-2011.....	155
5.5.4	Experimento 16-2011.....	155
5.5.5	Experimento 18-2011.....	156
5.5.6	Experimento 17-2011.....	157
5.5.7	Experimento 19-2011.....	157
5.5.8	Experimento 20-2011.....	158
5.5.9	Experimento 21-2011.....	159
5.5.10	Experimento 22-2011.....	159
5.5.11	Experimento 23-2011.....	160
<b>5.6</b>	<b>Serie 200.....</b>	<b>161</b>
5.6.1	Experimento 24-2011.....	161
5.6.2	Experimento 25-2011.....	162
5.6.3	Experimento 26-2011.....	162
5.6.4	Experimento 27-2011.....	163
5.6.5	Experimento 28-2011.....	164



5.6.6	Experimento 29-2011.....	164
5.6.7	Experimento 30-2011.....	165
5.6.8	Experimento 31-2011.....	166
5.6.9	Experimento 32-2011.....	166
5.6.10	Experimento 33-2011.....	167
5.6.11	Experimento 34-2011.....	168
<b>5.7</b>	<b>Serie 300 .....</b>	<b>168</b>
5.7.1	Experimento 35-2011.....	168
5.7.2	Experimento 36-2011.....	169
5.7.3	Experimento 37-2011.....	170
<b>5.8</b>	<b>Serie 8.....</b>	<b>171</b>
5.8.1	Experimento 38-2011.....	171
<b>6</b>	<b><i>ANÁLISIS DE RESULTADOS (2011)</i>.....</b>	<b>172</b>
<b>6.1</b>	<b>Estudio del espectro del <math>^{16}\text{N}</math>.....</b>	<b>172</b>
6.1.1	Espectros experimentales .....	173
6.1.1.1	Resolución de los detectores NaI y BGO para altas energías.....	181
6.1.1.2	Determinación del parámetro para la definición de los picos del $^{16}\text{N}$ a partir del espectro	182
6.1.2	Grado de acuerdo entre los resultados experimentales y el modelo teórico.....	191
<b>6.2</b>	<b>Relación F/C.....</b>	<b>196</b>
<b>6.3</b>	<b>Estudio del tipo de detector.....</b>	<b>200</b>
<b>6.4</b>	<b>Estudio del error de la medida .....</b>	<b>209</b>
6.4.1	Estudio del error vs parámetros P1-2007 o P2 .....	227
6.4.2	Estudio del error vs ley.....	230
6.4.3	Estudio del error según el tipo de detector .....	231
6.4.4	Estudio del error respecto al tiempo de activación .....	233
<b>6.5</b>	<b>Relación entre la ley en fluorita y el parámetro P2 .....</b>	<b>234</b>



6.5.1	Determinación de la ley y estudio del error de la ley a partir de los resultados de activación neutrónica.....	241
6.6	<b>Determinación de las condiciones óptimas del experimento para un ciclo simétrico .</b>	<b>244</b>
6.7	<b>Estudio comparativo entre los resultados de los experimentos del 2007 y del 2011 ..</b>	<b>245</b>
6.8	<b>Diseño teórico de una activación cíclica asimétrica.....</b>	<b>254</b>
6.8.1	Estudio teórico de la mejora entre la activación cíclica simétrica y asimétrica .....	260
6.9	<b>Estudio experimental de la mejora entre la activación cíclica simétrica y asimétrica .</b>	<b>262</b>
7	<b><i>DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES</i>.....</b>	<b>266</b>
7.1	<b>Conclusiones.....</b>	<b>267</b>
7.2	<b>Criticas a los resultados.....</b>	<b>272</b>
7.3	<b>Propuestas de investigaciones futuras en esta línea .....</b>	<b>272</b>
7.4	<b>Publicaciones asociadas con esta línea por parte del equipo de investigación Q-Thermie</b>	<b>274</b>
	<b><i>Referencias</i> .....</b>	<b>276</b>
	<b><i>Páginas Web consultadas</i> .....</b>	<b>298</b>
	<b><i>http://personales.uniovi.es/web/qthermie</i> .....</b>	<b>298</b>
I	<b><i>ANEXOS</i>.....</b>	<b>299</b>
I.1	<b>Archivos incluidos en el CD .....</b>	<b>299</b>
I.2	<b>Programación del Compax 3 .....</b>	<b>299</b>
I.3	<b>Algoritmo matemático usando en la deducción del modelo asimétrico.....</b>	<b>337</b>



## ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. CARACTERÍSTICAS DE LAS FUENTES DE NEUTRONES. ....	14
TABLA 2. PROPIEDADES DE LOS DETECTORES. ....	34
TABLA 3. EVOLUCIÓN EN EL MÉTODO DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA (NAA). ....	50
TABLA 4. EVOLUCIÓN EN EL MÉTODO DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA (CNA) ....	60
TABLA 5. EVOLUCIÓN EN EL MÉTODO DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA EN LA INDUSTRIA. ....	71
TABLA 6. EVOLUCIÓN EN EL MÉTODO DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA EN SONDEOS. ....	87
TABLA 7. PRIMER CONJUNTO DE MUESTRAS: MUESTRAS EMPLEADAS EN LOS ANÁLISIS DE ACTIVACIÓN DE 2007. ....	103
TABLA 8. MEDIDAS EXPERIMENTALES REALIZADAS CON EL CONJUNTO DE MUESTRAS MOSTRADAS EN LA TABLA 7. ....	103
TABLA 9. LECTURAS REALIZADAS PARA 2M DE ACTIVACIÓN Y 25S DE LECTURA (EXPERIMENTO 1- 2007). ....	104
TABLA 10. VALORES DE $A_{opt} \cdot \lambda k$ SEGÚN T Y N, PARA UN TIEMPO DE DESPLAZAMIENTO DE 0,325S. ....	109
TABLA 11. MUESTRAS EMPLEADAS EN LOS ANÁLISIS DE ACTIVACIÓN DE 2011. ....	135
TABLA 12. RELACIÓN LEY-MASA PARA LAS MUESTRAS ESCOGIDAS DE DIFERENTES PUNTOS DE LA PLANTA DE CONCENTRACIÓN. ....	136
TABLA 13. ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO ....	137
TABLA 14. RELACIÓN DE FINOS EN LAS MUESTRAS ENSAYADAS. ....	138
TABLA 15. MUESTRAS EMPLEADAS EN LOS ANÁLISIS DE ACTIVACIÓN DE 2011. ....	139
TABLA 16. ENSAYOS DE LA SERIE 1. ....	140
TABLA 17. ENSAYOS DE LA SERIE 2. ....	141
TABLA 18. ENSAYOS DE LA SERIE 3. ....	141
TABLA 19. ENSAYOS DE LA SERIE 4. ....	141
TABLA 20. ENSAYOS DE LA SERIE 100. ....	142
TABLA 21. ENSAYOS DE LA SERIE 200. ....	143
TABLA 22. ENSAYOS DE LA SERIE 300. ....	143
TABLA 23. ENSAYO DE LA SERIE 8. ....	144
TABLA 24. RESOLUCIÓN DE LOS DETECTORES. ....	182
TABLA 25. CÁLCULO DE LOS PARÁMETROS P1, P2 Y P3 PARA EL EXPERIMENTO 36-2011. ....	187
TABLA 26. COEFICIENTES DE CORRELACIÓN ENTRE LA LEY DE LAS MUESTRAS Y LOS PARÁMETROS PARA LOS EXPERIMENTOS DE LA SERIE 100. ....	189



TABLA 27. RESUMEN DEL PARÁMETRO P2 EN LOS DISTINTOS EXPERIMENTOS-2011 . . . . .	193
TABLA 28. VALORES INICIALES E INTERVALO SELECCIONADO PARA LOS COEFICIENTES DE LA ECUACIÓN [ 3 ]. . . . .	195
TABLA 29. ANÁLISIS DEL F/C PARA LAS SERIES 1 Y 2. . . . .	197
TABLA 30. ANÁLISIS DEL F/C PARA LAS SERIES 100, 200 Y 300. . . . .	198
TABLA 31. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN DE P ENTRE EL EXPERIMENTO 1- 2011 Y 3-2011. . . . .	202
TABLA 32. ESTUDIO DEL TIPO DEL DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 2-2011 Y 4-2011 . . . . .	203
TABLA 33. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 8-2011 Y 10-2011 . . . . .	205
TABLA 34. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 9-2011 Y 11-2011 . . . . .	207
TABLA 35. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 35-2011 Y 38-2011 . . . . .	209
TABLA 36. RESUMEN DE EXPERIMENTOS-2011. . . . .	211
TABLA 37. CUENTAS LEÍDAS EN EL EXPERIMENTO 1-2011 Y EN EL PARÁMETRO P1-2007 SEGÚN LA LEY DE LA MUESTRA. . . . .	214
TABLA 38. CÁLCULO DEL PARÁMETRO P1-2007 PARA CADA LEY DEL EXPERIMENTO 1-2011. ....	214
TABLA 39. CÁLCULO DEL ERROR RELATIVO DE CADA ENSAYO Y VALOR PROMEDIO DEL ERROR RELATIVO ( $\psi$ ). . . . .	215
TABLA 40. RESUMEN DE LOS RESULTADOS DE LA DETERMINACIÓN DEL ERROR DE MEDIDA. ....	227
TABLA 41. INTERVALO DE CUENTAS ÚTILES. . . . .	229
TABLA 42. INTERVALO DE LEYES ÚTIL. . . . .	231
TABLA 43. CÁLCULO DEL COEFICIENTE DE CORRELACIÓN LEY-PARÁMETRO P2 PARA EL EXPERIMENTO 36-2011. . . . .	235
TABLA 44. ESTADÍSTICAS DE LA REGRESIÓN. . . . .	235
TABLA 45. RESUMEN DE LOS COEFICIENTES DE CORRELACIÓN SEGÚN EXPERIMENTOS-2011 Y SERIES. . . . .	240
TABLA 46. ESTUDIO DEL ERROR EN LEYES DEL EXPERIMENTO 7-2011. . . . .	242
TABLA 47. RESUMEN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS EN LOS EXPERIMENTO 1-2007 Y 1-2011. . . . . .	248
TABLA 48. COEFICIENTES DE CORRELACIÓN PARA CADA EXPERIMENTO. . . . .	249
TABLA 49. CANTIDAD DE H CONTENIDO EN EL MATERIAL DE LOS PORTAMUESTRAS. . . . .	252



TABLA 50. INFLUENCIA DE LA DENSIDAD Y DEL ESPESOR DEL PORTAMUESTRAS.....	253
TABLA 51. INFLUENCIA DE LA MODERACIÓN DE NEUTRONES Y ATENUACIÓN DE LA RADIACIÓN GAMMA EN EL PORTAMUESTRAS.....	253
TABLA 52. INFLUENCIA COMBINADA DE LA MODERACIÓN DE NEUTRONES Y ATENUACIÓN DE LA RADIACIÓN GAMMA DEBIDO AL PORTAMUESTRAS.....	254
TABLA 53. EJEMPLO DEL RESULTADO DE LA EJECUCIÓN DEL ALGORITMO.....	258
TABLA 54. COMPARACIÓN DE RESULTADOS ENTRE EL ÁREA MÁXIMA DETECTADA EN UN MÉTODO CÍCLICO SIMÉTRICO Y OTRO ASIMÉTRICO CON IGUALES TIEMPOS DE PROCESO (NO SE HA CONSIDERADO TIEMPO PARA LOS DESPLAZAMIENTOS DE LA MUESTRA).....	261
TABLA 55. PARÁMETRO P2 DE LOS EXPERIMENTOS 5-2011, 12-2011 Y 16-2011 SEGÚN LA LEY DE LA MUESTRA. ....	264
TABLA 56. COEFICIENTES DE CORRELACIÓN ENTRE LA LEY DE LAS MUESTRAS Y EL PARÁMETRO P2. ....	265





## ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. SECCIÓN EFICAZ DE LA REACCIÓN 9-F-19(N,P)8-O-19 (FUENTE HERMAN M., 2011).....	6
FIGURA 2. SECCIÓN EFICAZ DE LA REACCIÓN 9-F-19(N,A)7-N-16 (FUENTE HERMAN M., 2011).....	7
FIGURA 3. SECCIÓN EFICAZ DE LA REACCIÓN 9-F-19(N,Γ)9-F-20 (FUENTE HERMAN M., 2011). ....	7
FIGURA 4. ESPECTRO TEÓRICO DE EMISIÓN DEL <sup>16</sup> N.....	9
FIGURA 5. ACTIVACIÓN Y DECAIMIENTO RADIATIVO. ....	10
FIGURA 6. RADIACIONE ACUMULADA DURANTE UN PROCESO DE ACTIVACIÓN.....	12
FIGURA 7. MÉTODO DE ACTIVACIÓN CÍCLICA.....	12
FIGURA 8. REACCIONES DE FISIÓN DEL U-238 (FUENTE ZAGREBAEV V.I., 2011).....	15
FIGURA 9. PARTE DE LA CADENA DE DESINTEGRACIÓN DEL URANIO-238 (FUENTE ZAGREBAEV V.I., 2011). ....	16
FIGURA 10. ELEMENTOS DE UN REACTOR NUCLEAR. 1- NÚCLEO, 2- BARRAS DE CONTROL, 3- GENERADOR DE VAPOR, 4- PRESIONADOR, 5- VASIJA, 6- TURBINA, 7- ALTERNADOR, 8- BOMBA, 9- CONDENSADOR, 10- AGUA DE REFRIGERACIÓN, 11- CONTENCIÓN DE HORMIGÓN. ....	17
FIGURA 11. ACELERADOR LINEAL DE PARTÍCULAS. ....	20
FIGURA 12. REACCIONES DE FISIÓN ENTRE ÁTOMOS DE DEUTERIO CON DEUTERIO Y DEUTERIO CON TRITIO, RESPECTIVAMENTE (FUENTE ZAGREBAEV V.I., 2011). ....	21
FIGURA 13. ESPECTRO DE ENERGÍA TIPO DE UNA FUENTE DE 241AM-BE (TESIS DOCTORAL REY RONCO M.A., 2007).....	23
FIGURA 14. FISIÓN ESPONTÁNEA DEL <sup>241</sup> AM (FUENTE ZAGREBAEV V.I., 2011).....	23
FIGURA 15. FISIÓN ESPONTÁNEA DEL <sup>252</sup> CF (FUENTE ZAGREBAEV V.I., 2011). ....	24
FIGURA 16. DETECCIÓN DE LA RADIACIÓN GAMMA. ....	25
FIGURA 17. EFECTOS SUFRIDOS AL INTERACCIONAR UN RAYOS GAMMA CON LA MATERIA DEL DETECTOR. ....	26
FIGURA 18. EFECTO FOTOELÉCTRICO. ....	27
FIGURA 19. EFECTO COMPTON.....	27
FIGURA 20. EFECTO PRODUCCIÓN DE PARES. ....	28
FIGURA 21. FUNCIONAMIENTO DE UN DETECTOR GASEOSO. ....	29
FIGURA 22. REGIONES DE OPERACIÓN DE UN DETECTOR GASEOSO. ....	30
FIGURA 23. DETECTOR DE CENTELLEO ASOCIADO A UN FOTOMULTIPLICADOR (FUENTE ELLIS ET AL., 1987). ....	32



FIGURA 24. REPRESENTACIÓN DE LOS EFECTOS COMPTON Y FOTOELÉCTRICO EN UN DETECTOR DE NAI (FUENTE <i>ELLIS ET AL., 1987</i> ).....	32
FIGURA 25. REPRESENTACIÓN DE LOS EFECTOS FOTOELÉCTRICO, COMPTON Y PRODUCCIÓN DE PARES EN UN DETECTOR DE NAI (FUENTE <i>ELLIS ET AL., 1987</i> ).....	33
FIGURA 26. ESPECTRO DE EMISIÓN DE UN DETECTOR DE NAI(TL) JUNTO CON OTROS DETECTORES (FUENTE: <i>SAINT GOBAIN</i> ).....	34
FIGURA 27. COMPARACIÓN ENTRE LA EFICIENCIA DE LOS DETECTORES DE NAI Y LOS BGO (FUENTE: <i>SAINT GOBAIN</i> ).....	35
FIGURA 28. RESOLUCIÓN ENERGÉTICA EN UN CASO IDEAL.....	36
FIGURA 29. RESOLUCIÓN DE UN DETECTOR.....	36
FIGURA 30. RESOLUCIÓN DE UN DETECTOR.....	37
FIGURA 31. ELEMENTOS ASOCIADOS A LA MEDIDA DE LA RADIACIÓN.....	38
FIGURA 32. ESQUEMA DE UN FOTOMULTIPLICADOR.....	38
FIGURA 33. ESQUEMA ELÉCTRICO DE UN CIRCUITO INTEGRADOR GENÉRICO.....	39
FIGURA 34. EN LA PARTE SUPERIOR: TENSIÓN DE SALIDA DEL PREAMPLIFICADOR PARA UN DETERMINADO EVENTO. EN LA PARTE INFERIOR: TENSIÓN DE SALIDA DEL PREAMPLIFICADOR PARA EL MISMO EVENTO TRAS REDUCIR EL TIEMPO DE EXPOSICIÓN. ...	40
FIGURA 35. SEÑAL A LA SALIDA DEL PREAMPLIFICADOR; B. SEÑAL DE DIFERENCIACIÓN; C. PULSOS OBTENIDOS TRAS LA INTEGRACIÓN.....	41
FIGURA 36. SEÑAL DE ENTRADA Y SALIDA DEL CONVERTOR ADC.....	43
FIGURA 37. CONVERTOR DE APROXIMACIONES SUCESIVAS (SAR).....	44
FIGURA 38. PROCESO DE CONVERSIÓN POR APROXIMACIONES SUCESIVAS.....	44
FIGURA 39. ESPECTRO TÍPICO DE UN DETECTOR DE CENTELLEO.....	45
FIGURA 40. INFLUENCIA DEL ÁNGULO SÓLIDO. CASO 1: ÁNGULO SÓLIDO INFERIOR A $2\cdot\pi$ . CASO 2: ÁNGULO SÓLIDO PRÓXIMO A $2\cdot\pi$ .....	46
FIGURA 41. PROCESOS QUE TIENEN LUGAR EN LA REALIZACIÓN PRÁCTICA DE LA ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA (FUENTE <i>REY-RONCO M.A., 2007</i> ).....	47
FIGURA 42. VARIACIÓN DE LA ACTIVIDAD DEL ISÓTOPO RADIATIVO RESPECTO AL TIEMPO Y EL NÚMERO DE CICLOS EN UN ANÁLISIS DE ACTIVACIÓN CÍCLICA ( <i>HOU X ET AL., 2000</i> ).....	59
FIGURA 43. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE UNA ACTIVACIÓN CÍCLICA.....	59
FIGURA 44. SISTEMA DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA PROPUESTA POR ANDERS U.O ( <i>ANDERS O., 1960</i> ).....	61
FIGURA 45. DIAGRAMA DEL SISTEMA CENTRAL DE IRRADIACIÓN (ICIS) (FUENTE: <i>SPYROU N.M., 1981</i> ).....	63



FIGURA 46. SISTEMA DE MEDIDA PARA LA ACTIVACIÓN CÍCLICA DE FLUORUROS (FUENTE: MAKI ET AL., 1974). .....	64
FIGURA 47 SISTEMA NEUMÁTICO DE MEDIDA PARA LA ACTIVACIÓN CÍCLICA DE FLUORUROS (FUENTE: MAKI ET AL., 1974). .....	65
FIGURA 48. ANÁLISIS DEL TIEMPO DE DECAIMIENTO (SPYROU N.M, 1981). .....	66
FIGURA 49. SISTEMA DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA PROPUESTA POR ANDERS U.O., (FUENTE KLIMENT ET AL., 1962). .....	72
FIGURA 50. ESQUEMA PARA EL ANÁLISIS EN CONTINUO PROPUESTO POR PROKOPCHIK V.I., (FUENTE PROKOPCHIK V.I., 1970). .....	72
FIGURA 51. DIAGRAMA DEL SISTEMA DE ACTIVACIÓN CONTINUA PROPUESTO POR GLUCK ET AL., (FUENTE KLIMENT ET AL., 1972). .....	73
FIGURA 52. EQUIPO INDUSTRIAL PARA EL ANÁLISIS DEL CARBÓN PROPUESTO POR MARTIN ET. AL., (FUENTE KLIMENT ET AL., 1972). .....	74
FIGURA 53. ESQUEMA DE LA PLANTA PILOTO DISEÑADA POR RHODES ET AL., (FUENTE KLIMENT ET AL., 1972). .....	75
FIGURA 54. SISTEMA DE ANÁLISIS SUSAC (FUENTE BRAUN ET AL., 1977). .....	76
FIGURA 55. SISTEMA SIACON (FUENTE MAUL ET AL., 1988). .....	78
FIGURA 56. EQUIPO DE LABORATORIO (FUENTE GÖLDNER ET AL., 1993). .....	80
FIGURA 57. EQUIPO AUTOMÁTICO PARA EL CONTROL ON-LINE (FUENTE GÖLDNER ET AL., 1993). .....	80
FIGURA 58. ANALIZADOR ELEMENTAL ON-LINE OLA-200 (FUENTE WWW.THERMO.COM/MINERALS). .....	82
FIGURA 59. ANALIZADOR ECA PARA EL ANÁLISIS DEL CARBÓN (FUENTE WWW.THERMO.COM/MINERALS). .....	83
FIGURA 60. DIAGRAMA OPERACIONAL DEL ANALIZADOR CB OMNI PARA CEMENTOS (FUENTE WWW.THERMO.COM/MINERALS). .....	84
FIGURA 61. DISTRIBUCIÓN DE LOS RAYOS GAMMA A PARTIR DE TRES ISÓTOPOS RADIATIVOS NATURALES (FUENTE ELLIS ET AL., 1987). .....	85
FIGURA 62. DIAGRAFÍA DE LA RADIACIÓN GAMMA NATURAL (DARWIN V.E., 1987). .....	86
FIGURA 63. EQUIPO PARA DETERMINAR LA LEY DE FLUORITA (FUENTE PROKOPCHIK ET AL., 1969). .....	90
FIGURA 64. SONDA PARA DETERMINAR LA SÍLICE Y EL CONTENIDO DE OXÍGENO (PEELMAN H.E., 1976). .....	91



FIGURA 65. PROCESO DE ACTIVACIÓN SOBRE MUESTRAS DE CONCENTRADO DE ESPATO FLÚOR. .....	94
FIGURA 66. RELACIÓN ENTRE LA ENERGÍA Y LA CONCENTRACIÓN EN FLUORITA.....	96
FIGURA 67. DETECTOR JUNTO CON EL FOTOMULTIPLICADOR SOBRE UNA HOJA DE PAPEL DIN-A4. .....	97
FIGURA 68. DETECTOR Y ZÓCALO DEL PREAMPLIFICADOR MODELO 2007P.....	98
FIGURA 69. FUENTE DE ALIMENTACIÓN, AMPLIFICADOR, CONVERTIDOR ANALÓGICO DIGITAL Y ANALIZADOR MULTICANAL.....	98
FIGURA 70. ELEMENTOS DE CONTROL DE ÁREA.....	99
FIGURA 71. ELEMENTOS CONSTRUCTIVOS DEL PRIMER PROTOTIPO. ....	99
FIGURA 72. POSICIÓN DE ACTIVACIÓN DE LA MUESTRA Y DETECCIÓN DE RADIACIÓN CON EL PROTOTIPO MANUAL.....	101
FIGURA 73. PROTOTIPO MANUAL DEFINITIVO. A LA DERECHA, EN POSICIÓN DE ACTIVACIÓN DE LA MUESTRA Y A LA IZQUIERDA, EN POSICIÓN DE DETECCIÓN DE RADIACIÓN. ....	102
FIGURA 74. RELACIÓN ENTRE EL PARÁMETRO P1-2007 Y LA LEY DE FLUORITA.....	105
FIGURA 75. ACTIVACIÓN Y DECAIMIENTO RADIATIVO EN UN SOLO CICLO DE ACTIVACIÓN. (NÓTESE QUE EL EJE DE ORDENADAS EXPRESA <i>g<sub>tk</sub></i> Y <i>h<sub>tk</sub></i> ).....	106
FIGURA 76. REPRESENTACIÓN DE UNA ACTIVACIÓN CÍCLICA SIMÉTRICA PARA T=100 SIN CONSIDERAR EL DESPLAZAMIENTO DE LA MUESTRA. ....	108
FIGURA 77. REPRESENTACIÓN DE UNA ACTIVACIÓN CÍCLICA SIMÉTRICA PARA T=100 CONSIDERANDO EL DESPLAZAMIENTO DE LA MUESTRA D=0,325S. ....	108
FIGURA 78. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE <b>Aoptdnciclosteórico · λk</b> PARA DISTINTOS TIEMPOS DE PROCESO Y UN TIEMPO DE DESPLAZAMIENTO DE 0,325S. ....	109
FIGURA 79. DETECTOR DE NAI DE 2" DE DIÁMETRO Y 2" DE LONGITUD. ....	113
FIGURA 80. A LA IZQUIERDA: CONEXIONES HEMBRA DEL MULTICANAL OSPREY. A LA DERECHA: CONEXIONES MACHO DEL DETECTOR. ....	114
FIGURA 81. VISTA EN PLANTA DEL MULTICANAL OSPREY. A LA DERECHA: CONEXIÓN USB.....	115
FIGURA 82. DETECTOR DE NAI ACOPLADO AL MULTICANAL UNISPEC.....	115
FIGURA 83. ENTORNO GRÁFICO DEL PROGRAMA GAMMA ACQUISITION & ANALYSIS.....	116
FIGURA 84. MOTOR LINEAL <i>SERVOTUBE</i> (FUENTE WWW.MECMOD.COM).....	117
FIGURA 85. ENTORNO GRÁFICO DEL SOFTWARE C3SERVOMANAGER2 SINGLEMODE.....	117
FIGURA 86. ENTORNO GRÁFICO DEL PROGRAMA QUE EJECUTA C3SERVOMANAGER2 SINGLEMODE Y GAMMA GAMMA ACQUISITION & ANALYSIS SIMULTÁNEAMENTE.....	118



FIGURA 87. ENTORNO GRÁFICO DEL PROGRAMA QUE EJECUTA C3SERVOMANAGER2 SINGLEMODE Y GAMMA GAMMA ACQUISITION & ANALYSIS SIMULTÁNEAMENTE.....	119
FIGURA 88. DISPOSICIÓN DE LA PASTILLA DE CS O CO DURANTE EL CALIBRADO. ....	120
FIGURA 89. DETECCIÓN DEL CESIO. ....	121
FIGURA 90. DETECCIÓN DE LOS PICOS DEL COBALTO. ....	121
FIGURA 91. SELECCIONAR LOS PICOS DESDE UNA LISTA DE NUCLEÍDOS. ....	122
FIGURA 92. SELECCIÓN DEL PRIMER PICO DEL COBALTO. ....	122
FIGURA 93. CAMBIO DE CANALES POR ENERGÍAS. ....	123
FIGURA 94. CAMBIO DE CANALES POR ENERGÍAS. ....	123
FIGURA 95. CALIBRADO PARA EL <sup>16</sup> N CON MULTICANAL OSPREY Y DETECTOR BGO. ....	124
FIGURA 96. ESTRUCTURA DEL PROTOTIPO MANUAL EN EL PROCESO DE INSERCIÓN DEL NUEVO GUÍA DEL PORTAMUESTRAS (SECCIÓN CIRCULAR).....	124
FIGURA 97. ESTRUCTURA DEL PROTOTIPO MANUAL CON LA GUÍA DEL NUEVO PORTAMUESTRAS (SECCIÓN CIRCULAR).....	125
FIGURA 98. ESTRUCTURA DE APOYO DEL PROTOTIPO AUTOMÁTICO. ....	125
FIGURA 99. A LA IZQUIERDA: PROTOTIPO MANUAL. A LA DERECHA: PROTOTIPO AUTOMÁTICO .....	126
FIGURA 100. PORTAMUESTRAS EMPLEADO CON EL PROTOTIPO MANUAL.....	127
FIGURA 101. A LA DERECHA: PORTAMUESTRAS CON RELLENO DE MUESTRA DE PARAFINA. A LA IZQUIERDA: TAPADERA DEL PORTAMUESTRAS CON MECANIZADO PARA LA BARRA METÁLICA.....	128
FIGURA 102. DISPOSICIÓN VERTICAL DE LAS MUESTRAS DURANTE LAS MEDIDAS CON EL PROTOTIPO MANUAL.....	128
FIGURA 103. DISPOSICIÓN HORIZONTAL DE LA MUESTRA DURANTE LAS MEDIDAS CON EL PROTOTIPO AUTOMÁTICO.....	129
FIGURA 104. VISTA DE UNA SECCIÓN DE LA GUÍA DEL PORTAMUESTRAS CON EL NUEVO PROTOTIPO. ....	130
FIGURA 105. VISTA SUPERIOR DE LA UNIÓN ENTRE LA BARRA GUÍA DEL PORTAMUESTRAS Y EL MÓDULO MÓVIL DEL MOTOR.....	131
FIGURA 106. GUÍA DEL PORTAMUESTRAS DEL LADO DEL DETECTOR. DETECTOR EN SU SOPORTE. LA LÁMINA DESLIZANTE HACE DE SOPORTE DEL DETECTOR. ....	132
FIGURA 107. POSICIÓN DE ACTIVACIÓN Y POSICIÓN DE DETECCIÓN CON EL PROTOTIPO AUTOMÁTICO.....	134
FIGURA 108. PORTAMUESTRAS PARA LA MUESTRA 4.....	135



FIGURA 109. INFLUENCIA DE LA GRANULOMETRÍA. ....	137
FIGURA 110. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 1-2011. .....	145
FIGURA 111. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 2-2011. .....	145
FIGURA 112. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 3-2011. .....	146
FIGURA 113. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 4-2011. .....	147
FIGURA 114. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 5-2011. .....	148
FIGURA 115. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 6-2011. .....	148
FIGURA 116. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 7-2011. .....	149
FIGURA 117. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 8-2011. .....	150
FIGURA 118. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 9-2011. .....	150
FIGURA 119. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 10- 2011. ....	151
FIGURA 120. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 11- 2011. ....	152
FIGURA 121. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 12- 2011. ....	153
FIGURA 122. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 13- 2011. ....	154
FIGURA 123. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 14- 2011. ....	154
FIGURA 124. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 15- 2011. ....	155
FIGURA 125. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 16- 2011. ....	156



FIGURA 126. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 18- 2011. ....	156
FIGURA 127. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 17- 2011. ....	157
FIGURA 128. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 19- 2011. ....	158
FIGURA 129. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 20- 2011. ....	158
FIGURA 130. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 21- 2011. ....	159
FIGURA 131. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 22- 2011. ....	160
FIGURA 132. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 23- 2011. ....	160
FIGURA 133. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 24- 2011. ....	161
FIGURA 134. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 25- 2011. ....	162
FIGURA 135. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 26- 2011. ....	163
FIGURA 136. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 27- 2011. ....	163
FIGURA 137. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 28- 2011. ....	164
FIGURA 138. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 29- 2011. ....	165
FIGURA 139. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 30- 2011. ....	165
FIGURA 140. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 31- 2011. ....	166
FIGURA 141. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 32- 2011. ....	167
FIGURA 142. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 33- 2011. ....	167



FIGURA 143. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 34- 2011. ....	168
FIGURA 144. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 35- 2011. ....	169
FIGURA 145. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 36- 2011. ....	170
FIGURA 146. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 37- 2011. ....	170
FIGURA 147. ESPECTROS OBTENIDOS PARA CADA LEY DE FLUORITA EN EL EXPERIMENTO 38- 2011. ....	171
FIGURA 148. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 1 PARA LA LEY DEL 97,6% Y SU FONDO. .	175
FIGURA 149. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 3 PARA LA LEY DEL 97,6% Y SU FONDO. .	176
FIGURA 150. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 100. ....	177
FIGURA 151. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 200. ....	178
FIGURA 152. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 300. ....	179
FIGURA 153. A LA IZQUIERDA: REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL EXPERIMENTO35-2011 PARA LA LEY DEL 97,6% Y SU FONDO. A LA DERECHA: REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA SERIE 8 PARA LA LEY DEL 97,6% Y SU FONDO. ....	180
FIGURA 154. ESTUDIO DE LA RESOLUCIÓN DE LOS ESPECTROS. EN LA PARTE SUPERIOR, ESPECTRO RECOGIDO CON EL DETECTOR BGO (EXPERIMENTO 35). EN LA PARTE INFERIOR, ESPECTRO RECOGIDO CON EL DETECTOR DE NAI(TL) (EXPERIMENTO 38). ....	181
FIGURA 155. REPRESENTACIÓN DEL FONDO PARA EL EXPERIMENTO 36-2011. ....	184
FIGURA 156. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL PARÁMETRO P1 CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO 36-2011 CON UNA MUESTRA DE UNA LEY DEL 97,6%. ....	184
FIGURA 157. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL PARÁMETRO P2 CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO 36-2011 CON UNA MUESTRA DE UNA LEY DEL 97,6%. ....	185
FIGURA 158. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL PARÁMETRO P3 CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO 36-2011 CON UNA MUESTRA DE UNA LEY DEL 97,6%. ....	185
FIGURA 159. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL PARÁMETRO P4 CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO 36-2011 CON UNA MUESTRA DE UNA LEY DEL 97,6%. ....	186
FIGURA 160. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL PARÁMETRO P5 CORRESPONDIENTE AL EXPERIMENTO 36-2011 CON UNA MUESTRA DE UNA LEY DEL 97,6%. ....	186
FIGURA 161. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS PARÁMETROS P1, P2 Y P3 PARA EL EXPERIMENTO 36-2011.....	187





FIGURA 162. ANÁLISIS DE LOS COEFICIENTES DE CORRELACIÓN DE LOS PARÁMETROS P1, P2 Y P3 PARA LOS EXPERIMENTOS 2011 DE LA SERIE 100. ....	190
FIGURA 163. EVOLUCIÓN DEL PARÁMETRO P2 SEGÚN EL NÚMERO DE ACTIVACIONES, PARA DISTINTOS TIEMPOS DE PROCESO, SEGÚN LA ECUACIÓN. ....	193
FIGURA 164. REPRESENTACIÓN DEL PARÁMETRO P2 VERSUS NÚMERO DE CICLOS PARA LAS SERIES 100 Y 200 JUNTO CON SU RESPECTIVO AJUSTE (FIT). ....	195
FIGURA 165. EJES PRIMARIOS: RELACIÓN F/C (%) - N PARA LA SERIE 100. EJES SECUNDARIOS: RELACIÓN F/C (%) - TA PARA LA SERIE 100. ....	198
FIGURA 166. EJES PRIMARIOS: RELACIÓN F/C (%) - N PARA LA SERIE 200. EJES SECUNDARIOS: RELACIÓN F/C (%) - TA PARA LA SERIE 200. ....	199
FIGURA 167. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 1-2011 Y 3-2011. ....	201
FIGURA 168. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 2-2011 Y 4-2011. ....	203
FIGURA 169. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 8-2011 Y 10-2011. ....	204
FIGURA 170. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 9-2011 Y 11-2011. ....	206
FIGURA 171. ESTUDIO DEL TIPO DE DETECTOR: COMPARACIÓN ENTRE EL EXPERIMENTO 35-2011 Y 38-2011. ....	208
FIGURA 172. ESPECTROS RESULTANTES DE LOS ENSAYOS DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 1-2011 PARA LA LEY DEL 97,6% EN FLUORITA. ....	213
FIGURA 173. ESTUDIO DE LOS ESPECTROS RESULTANTES DE LOS ENSAYOS DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 1-2011. MARCADO EN NARANJA SE MUESTRA EL ÁREA QUE DEFINE EL PARÁMETRO P1. ....	213
FIGURA 174. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 1-2011. ....	216
FIGURA 175. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P1-2007 DEL EXPERIMENTO 1-2011. ....	217
FIGURA 176. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 1-2011. ....	217
FIGURA 177. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 2-2011. ....	218
FIGURA 178. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P1-2007 DEL EXPERIMENTO 2-2011. ....	218



FIGURA 179. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 2-2011. ....	219
FIGURA 180. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 3-2011. ....	219
FIGURA 181. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 3-2011.....	220
FIGURA 182. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 3-2011. ....	220
FIGURA 183. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 4-2011. ....	221
FIGURA 184. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 4-2011.....	221
FIGURA 185. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 4-2011. ....	222
FIGURA 186. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 5-2011. ....	222
FIGURA 187. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 5-2011.....	223
FIGURA 188. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 5-2011. ....	223
FIGURA 189. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 6-2011. ....	224
FIGURA 190. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 6-2011.....	224
FIGURA 191. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 6-2011. ....	225
FIGURA 192. RESULTADO DEL ENSAYO DE REPETITIVIDAD DEL EXPERIMENTO 7-2011. ....	225
FIGURA 193. ERROR RELATIVO RESPECTO AL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 7-2011.....	226
FIGURA 194. REPRESENTACIÓN DEL ERROR RELATIVO RESPECTO A LA LEY PARA EL EXPERIMENTO 7-2011. ....	226
FIGURA 195. INTERVALO DE CUENTAS ÚTIL PARA EL ERROR DEL 5%, DEL 10% Y DEL 15% EN EL EXPERIMENTO 4-2011.....	228
FIGURA 196. INTERVALO DE LEYES ÚTIL PARA EL ERROR DEL 5%, DEL 10% Y DEL 15% EN EL EXPERIMENTO 4-2011.....	230
FIGURA 197. ESTUDIO DEL ERROR RELATIVO $\psi$ EN LOS EXPERIMENTOS 1-2011 Y 3-2011 REALIZADOS AMBOS CON TIEMPOS DE ACTIVACIÓN DE 120S Y DE LECTURA DE 25S. ....	232
FIGURA 198. ESTUDIO DEL ERROR RELATIVO $\psi$ EN LOS EXPERIMENTOS 1-2011 Y 3-2011 REALIZADOS AMBOS CON TIEMPOS DE ACTIVACIÓN DE 60S Y DE LECTURA DE 25S. ....	232
FIGURA 199. ESTUDIO DEL ERROR RELATIVO $\psi$ EN LOS EXPERIMENTOS 1-2011 Y 2-2011 REALIZADOS AMBOS CON UN DETECTOR DE NAI.....	233
FIGURA 200. ESTUDIO DEL ERROR RELATIVO $\psi$ EN LOS EXPERIMENTOS 3-2011 Y 4-2011, REALIZADOS AMBOS CON UN DETECTOR BGO.....	234



FIGURA 201. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LA CORRELACIÓN ENTRE LA LEY Y EL PARÁMETRO P2 DEL EXPERIMENTO 36-2011.....	236
FIGURA 202. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LAS COEFICIENTES DE CORRELACIÓN LEY- PARÁMETRO P2 PARA CADA UNO DE LOS EXPERIMENTOS-2011 DE LA SERIE 100. ....	237
FIGURA 203. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LAS COEFICIENTES DE CORRELACIÓN LEY- PARÁMETRO P2 PARA CADA UNO DE LOS EXPERIMENTOS-2011 DE LA SERIE 200. ....	238
FIGURA 204. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LAS COEFICIENTES DE CORRELACIÓN LEY- PARÁMETRO P2 PARA CADA UNO DE LOS EXPERIMENTOS-2011 DE LA SERIE 300. ....	239
FIGURA 205. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DEL COEFICIENTE DE CORRELACIÓN VERSUS NÚMERO DE CICLOS.....	241
FIGURA 206. REGRESIÓN ENTRE EL PARÁMETRO P2 Y LA LEY (EN %). ....	242
FIGURA 207. DISPERSIÓN DEL ERROR DE LA LEY MEDIANTE UN ANÁLISIS DE ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA. ....	243
FIGURA 208. DETERMINACIÓN DE LA LEY POR ANÁLISIS POR ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA VS ANÁLISIS QUÍMICOS. ....	244
FIGURA 209. CORRELACIÓN LEY VS CUENTAS PARA 2MIN DE ACTIVACIÓN Y 25S DE LECTURA (DETECTOR NAI) CON EL PROTOTIPO MANUAL Y EL AUTOMÁTICO. ....	248
FIGURA 210. COEFICIENTES DE CORRELACIÓN PARA LOS DIFERENTES BOTES EMPLEADOS EN LOS ENSAYOS. ....	249
FIGURA 211. ESQUEMA DE LOS ELEMENTOS QUE INFLUYEN EN EL EMPEORAMIENTO DEL DISEÑO. ....	250
FIGURA 212. INFLUENCIA DEL ÁNGULO SÓLIDO. ....	251
FIGURA 213. ACTIVACIÓN NEUTRÓNICA CÍCLICA ASIMÉTRICA SIN DESPLAZAMIENTO PARA T=100S.....	255
FIGURA 214. CURVAS CORRESPONDIENTES A LOS TIEMPOS DE PROCESOS DESDE 50 HASTA 600S PARA UN PROCESO DE ACTIVACIÓN CÍCLICA ASIMÉTRICA. ....	259
FIGURA 215. REPRESENTACIÓN DE LA EVOLUCIÓN DEL ÁREA ÓPTIMA PARA LOS PROCESOS SIMÉTRICOS Y ASIMÉTRICOS CON DISTINTOS TIEMPOS DE PROCESO. ....	262
FIGURA 216. REPRESENTACIÓN GRÁFICA DE LOS ESPECTROS PARA UNA LEY DEL 97,6% DE LOS EXPERIMENTOS 5-2011, 12-2011 Y 16-2011, RESPECTIVAMENTE. ....	263
FIGURA 217. COMPARACIÓN PARA UN TIEMPO DE PROCESO T=100S DE LOS PROCESOS SIMÉTRICOS Y ASIMÉTRICOS.....	264



# 1 INTRODUCCIÓN

Esta tesis surge como fruto del trabajo que durante años realizaron dos miembros del equipo de investigación *Q-Themie* pertenecientes a la Universidad de Oviedo sobre la aplicación de la técnica de activación neutrónica en la determinación del contenido en flúor sobre muestras de mineral de fluorita procedente de distintos puntos de una planta de concentración.

El origen de la investigación nace de la necesidad industrial de determinar el contenido en fluorita en muestras de espato flúor. La importancia de determinar la validez del método, supondría para:

- una planta de concentración de fluorita como la de Minersa en Asturias, determinar la concentración de mineral en muestras de espato flúor:
  - de forma rápida, en cuestión de pocos minutos se obtendría el resultado, lo que contrasta con los métodos de análisis químicos convencionales utilizados actualmente. Los métodos químicos para determinar concentraciones de fluorita del orden del 90% en  $\text{CaF}_2$  tardan aproximadamente 24h.
  - emplear métodos no destructivos, ya que la muestra no necesita ser procesada previamente, y
  - precisión, puesto que en la actualidad los métodos de activación neutrónica se utilizan como métodos de referencia para validar otros procedimientos de medida.
- para la minería de fluorita:
  - la posibilidad de crear un sistema de medida en cintas transportadoras, in-situ o en sondeos.
- para la minería en general:
  - posibilidad de aplicación en la determinación de concentraciones de



oro, en cementos u otros elementos y

- la creación de sistemas de medida en cintas, en camiones,...etc.

Se había comprobado la viabilidad del método propuesto para dicho fin y se había diseñado un prototipo con el que se hicieron experimentos con activaciones únicas.

En un punto determinado de la investigación, se plantearon nuevas ideas de desarrollo del prototipo, se recomendó el uso de nuevos tipos de detectores de radiación y se propuso un nuevo procedimiento de activación, basado en un modelo sobre la evolución de la concentración de  $^{16}\text{N}$  a lo largo del tiempo, alguno de los cuales se han abordado en esta tesis.

Se había encontrado una relación entre la intensidad de la radiación gamma emitida por la muestra irradiada por los neutrones y el contenido en flúor. Como solo se encuentra el flúor en la fluorita, esto supone que la medida de la radiación es directamente proporcional a la ley de fluorita en la muestra de espato flúor.

Sin embargo, el método adolecía de un inconveniente como es el reducido número de rayos gamma producidos por la muestra irradiada. Por ello, se establecía la siguiente propuesta de mejora en investigaciones futuras:

- Aumentar la intensidad de la radiación gamma emitida por la muestra irradiada por los neutrones, utilizando:
  - Ciclos repetidos de irradiación de la muestra y de lectura de la radiación gamma emitida,
  - Un tiempo de exposición de la muestra ante la fuente de neutrones y de lectura de la radiación gamma emitida, según las conclusiones alcanzadas hasta el momento.
  - Usar muestras de mayor peso, para lo cual se requiere alcanzar un mayor grado de compactación de las mismas.
- Automatizar el proceso de desplazamiento de la muestra y el tiempo de



exposición frente a la fuente y frente al detector. Para ello se propone utilizar un servoposicionador eléctrico de precisión (motor lineal).

- Utilizar el método en la determinación de otras sustancias relacionadas con las instalaciones mineras.
- Comprobar los resultados utilizando diferentes equipos de detección como son:
  - Detectores de otros tipos como el BGO y otras dimensiones, por ejemplo 3x3 pulgadas.
  - Una fuente de neutrones de más actividad, por ejemplo 5 Ci.
- Desarrollar, modificando el diseño actual un equipo para el análisis “*on-line*” de la pulpa de la fluorita en tuberías.

En los inicios de la investigación, se obtuvo una ayuda procedente de la Universidad de Oviedo en la Convocatoria de **Ayudas de la Universidad de Oviedo para Proyectos de Investigación** (Modalidad A) para el año 2006. Y tras alcanzar los primeros resultados, fue concedida una subvención enmarcada en la Convocatoria Pública de Ayudas para la ejecución de **Proyectos de Investigación Concertada en el marco del PCTI de Asturias 2006-2009** (Resolución de fecha 3 de marzo del 2006). Gracias a esa subvención se pudieron adquirir varios elementos necesarios para el diseño y construcción de un equipo de laboratorio de activación neutrónica.

El resultado final de la obtención de estas subvenciones y ayudas recibidas, fue la defensa de la tesis Doctoral titulada: “**Desarrollo de un método rápido basado en técnicas de activación neutrónica para la determinación del contenido en flúor de muestras de mineral de fluorita**” galardonada con el Premio Extraordinario de Doctorado, y con el Áccesit del Premio de Investigación Juan Artieda. Además fue aceptada y publicada la patente ES2327990 (A1) titulada: “**Método y aparato para análisis del flúor, a partir de muestras minerales o compuestos de flúor, por el método de activación neutrónica**”.



Para alcanzar los nuevos objetivos se solicitaron y fueron concedidas dos ayudas, la primera se trata de una **Ayuda de la Universidad de Oviedo para la realización de Proyectos de Investigación** (Modalidad A) año 2011, y la segunda, de una ayuda para la **Ejecución de Proyectos de Investigación Concertada cofinanciadas dentro del Programa Operativo Feder del principado de Asturias 2010-2012**. Asimismo, se solicitó y concedió una Beca Predoctoral Severo Ochoa para realizar esta tesis.

Cabe mencionar, que durante cada una de las etapas citadas anteriormente, se ha contado con incondicional apoyo de la empresa minera **Minerales y Productos Derivados, S.A. (MINERSA)**.



## 2 OBJETIVOS

El objeto de esta tesis es llevar a cabo, algunas de las propuestas mencionadas. En concreto:

- Rediseñar el prototipo de laboratorio para determinar el contenido en flúor de muestras de espato flúor procedentes de una planta de concentración de forma cíclica mediante un motor lineal.
- Realizar ensayos de laboratorio bajo las mismas condiciones de medida que los ensayos realizados con el prototipo manual anterior ([Rey-Ronco M.A., 2007](#)), es decir, empleando el mismo tipo de detector, tiempo de proceso, tiempo de desplazamiento...,etc
- Comparar los resultados obtenidos de los diferentes experimentos con ambos prototipos y extraer conclusiones.
- Realizar ensayos de laboratorio bajo nuevas condiciones de medida, como por ejemplo empleando un nuevo detector (BGO).
- Comparar y extraer conclusiones.

### 2.1 Conceptos básicos sobre el análisis de activación neutrónica

#### 2.1.1 Técnicas de activación neutrónica. Análisis convencional y cíclico

El análisis por activación neutrónica (NAA “Neutron Activation Analysis”) es una técnica de identificación y cuantificación de los elementos constituyentes de una sustancia, que se basa en la medida de radiación emitida por los isótopos





radiactivos que se forman al irradiar o activar una muestra con neutrones ([Parry S.,1991](#)).

Cuando se bombardea una muestra con neutrones se producen varias reacciones radiactivas, cada una de ellas con una probabilidad de ocurrencia o sección eficaz determinada y conocida a través de distintos experimentos de laboratorio. La sección eficaz depende de la energía de los neutrones incidentes. Así, por ejemplo, cuando se bombardea flúor con neutrones, hay varios tipos de reacciones que tienen lugar, entre ellas, destacamos las siguientes:

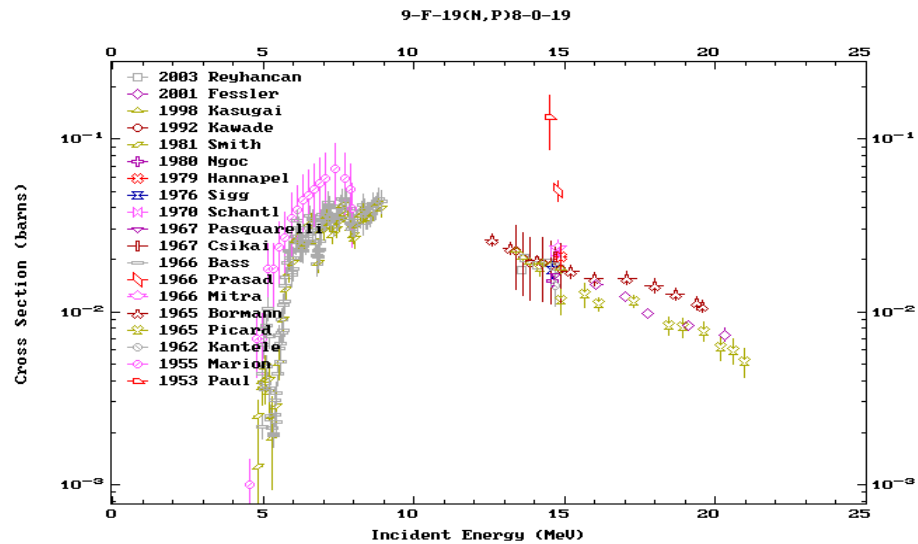
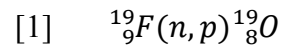


Figura 1. Sección eficaz de la reacción 9-F-19(n,p)8-O-19 (fuente [Herman M., 2011](#)).

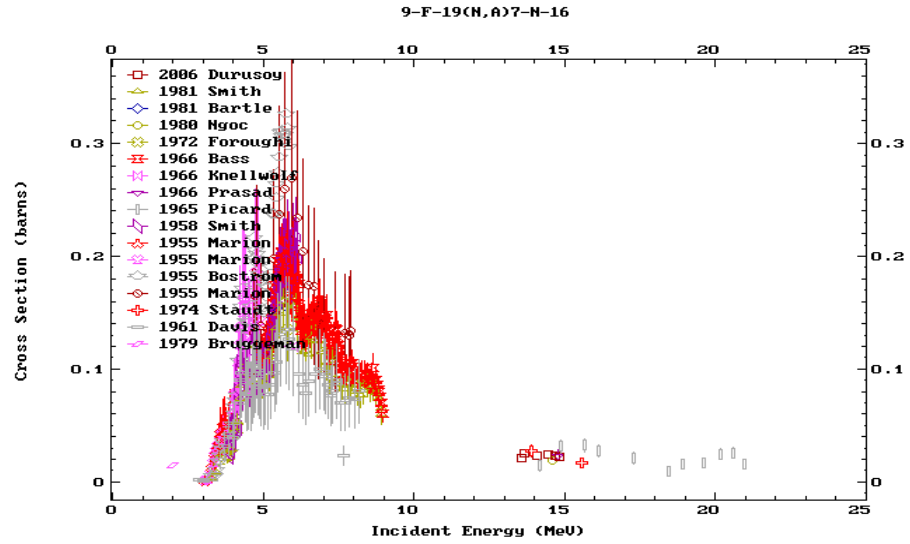
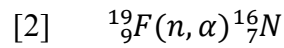


Figura 2. Sección eficaz de la reacción 9-F-19(n,α)7-N-16 (fuente [Herman M., 2011](#)).

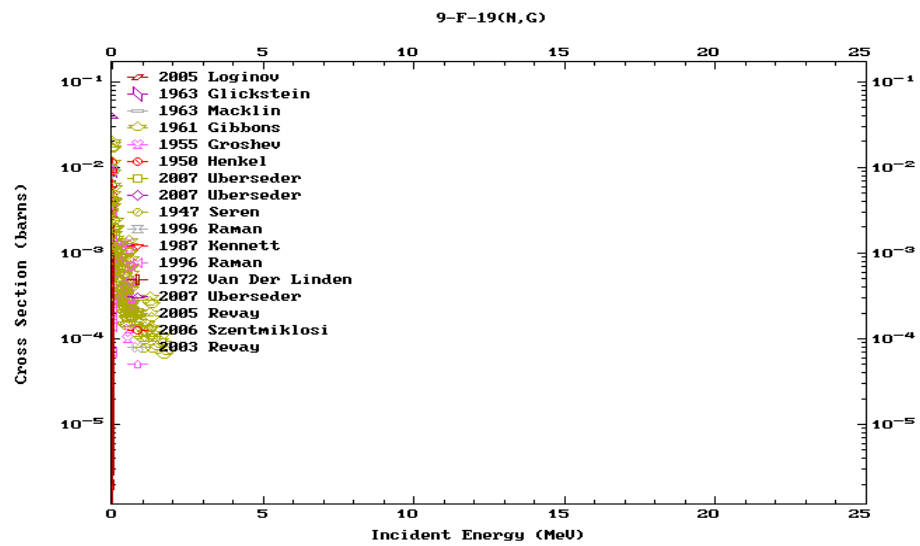
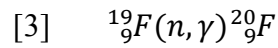


Figura 3. Sección eficaz de la reacción 9-F-19(n,γ)9-F-20 (fuente [Herman M., 2011](#)).

Se observa que el campo de probabilidades depende de la energía de los neutrones incidentes, ya que si los neutrones tienen una energía:



- mayor de 5 MeV se puede producir la primera reacción con una probabilidad máxima de  $10^{-1}$ .
- entre 3 y 10 MeV se produce la segunda con una probabilidad máxima de 0,3 barns, y si es
- menor de 1MeV se produce la tercera con una probabilidad máxima de  $10^{-2}$ .

Conocida la sección eficaz de las reacciones es necesario determinar los productos generados por las mismas. La técnica de activación neutrónica no es válida si el producto de la reacción no es radiactivo, o siéndolo:

- el tiempo de decaimiento es tan pequeño que no es técnicamente posible registrarlo, o si
- el espectro de energías interfiere con el espectro de otros productos originados en el bombardeo, o si
- la causa de la presencia de dicho producto de la reacción, es múltiple.

Teniendo en cuenta la probabilidad de ocurrencia de una reacción a partir de cada uno de los elementos presentes en una muestra, así como, de las características de los productos generados se podrá garantizar o no la viabilidad del m de activación neutrónica.

Hay dos técnicas para llevar a cabo la **activación neutrónica convencional** según el tipo de reacción registrada:

- análisis de activación neutrónica con detección de la radiación producida simultáneamente al bombardeo de los neutrones. Generalmente se detectan los “rayos gamma instantáneos” originados durante el bombardeo (PGNAA). Esta técnica es válida para reacciones del tipo  $9\text{-F-}19(n,\gamma)9\text{-F-}20$ . Al dejar de bombardear la sustancia fluorada, deja instantáneamente de producirse rayos gamma.
- análisis de activación neutrónica con emisión y detección de radiación



originada por el decaimiento de los productos de la reacción de bombardeo. Normalmente se detectan los rayos gamma de decaimiento conocidos por “rayos gamma diferidos” (DGNAA).

En este caso, es muy importante conocer el tiempo de decaimiento del producto de la reacción pues condicionará el proceso de medida. Se define como tiempo de decaimiento al tiempo durante el cual, una sustancia que ha sido previamente bombardeada con neutrones emite radiación debido a la desintegración de los elementos inestables (isótopos radiactivos).

Esta técnica es útil en una reacción como esta:  $9\text{-F-19}(n,\alpha)7\text{-N-16}$ , donde el  $^{16}\text{N}$  es el producto radiactivo de la reacción y decae emitiendo rayos gamma en un espectro conocido (Figura 4).

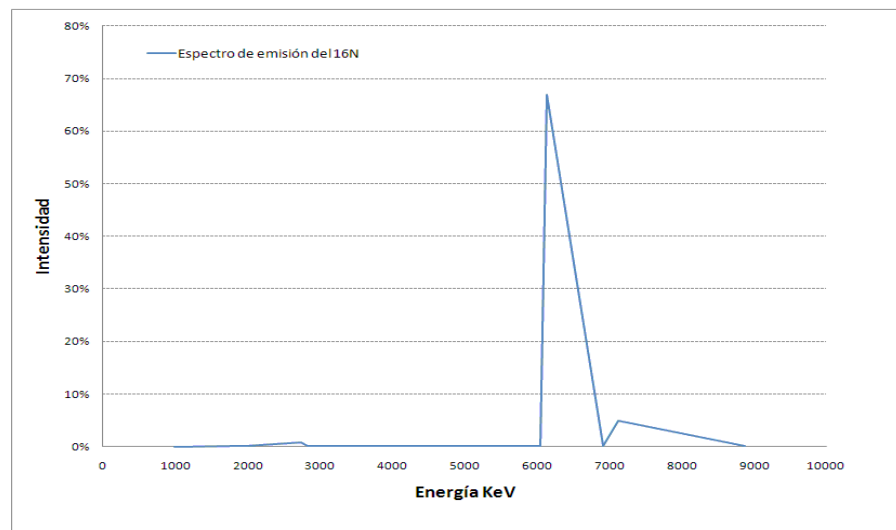


Figura 4. Espectro teórico de emisión del  $^{16}\text{N}$ .

En general, en la mayoría de aplicaciones se emplea el método DGNAA. En este caso, durante la activación, la concentración del elemento radiactivo, por ejemplo en el caso anterior el  $^{16}\text{N}$ , crece según una función exponencial que se refleja en la Figura 5, o bien según la ecuación:

$$g(\tau) = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot \tau})$$

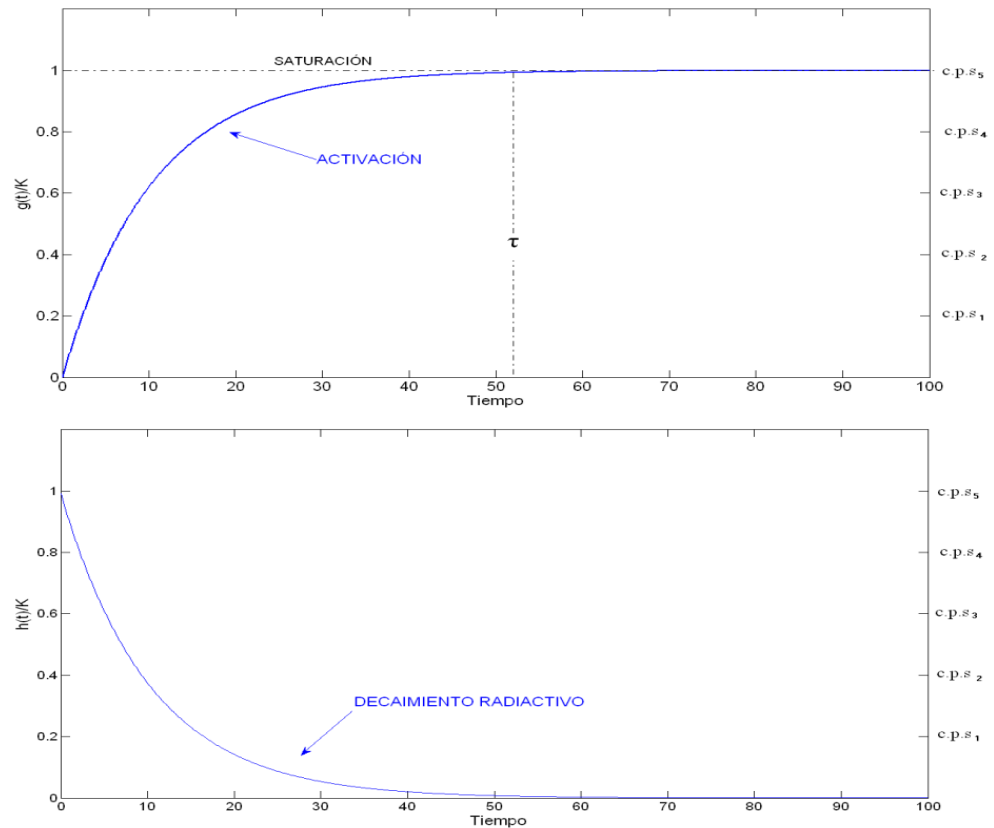


Figura 5. Activación y decaimiento radiactivo.

Esta concentración depende de  $k$  que es un parámetro que a su vez depende de:

- la concentración en flúor en la muestra,
- del flujo de neutrones ( $n \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ ) definido como la densidad de neutrones por la velocidad de los mismos,
- de la sección eficaz de la reacción de los neutrones con el flúor, y
- $\lambda$  que es la constante de semidesintegración del  $^{16}\text{N}$ , y es igual a  $\ln 2 / T_{1/2}$  donde,
  - $T_{1/2}$  es el tiempo de semidesintegración de  $^{16}\text{N}$ , es decir, 7,13s, y
  - $\tau$  es el tiempo durante el cual se está irradiando la muestra.



Cuando  $e^{-\lambda t} \rightarrow 0$ , (es decir, cuando  $t \rightarrow \infty$ ), se produce una estabilización de la concentración que llamamos “*saturación*”. En este momento, se retira la muestra de la fuente de neutrones y se registra la radiación emitida durante un tiempo llamado de “*lectura*”. La Figura 5 ilustra la forma de decaimiento regida por la ecuación:

$$h(t) = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t}) \cdot e^{-\lambda \cdot (t-\tau)}$$

Donde el tiempo  $t$  está referido al inicio de la irradiación.

Una forma de conocer la concentración del elemento radiactivo es medir la radiación en cada instante (cuentas por segundo, cps), o bien las radiaciones acumuladas durante un periodo de tiempo determinado, lo que se representa como el área encerrada bajo la curva de concentración durante el decaimiento (cuentas) en la Figura 6 ([Alonso-Sánchez et al., 2012](#)).

La Figura 6 ilustra un proceso de activación neutrónica con un único ciclo y la precisión del método queda definida por el área de la lectura registrada. Una manera de incrementar la precisión del proceso PGNAA es aumentar esta área realizando una activación cíclica (Figura 7).

En términos generales, los elementos necesarios para realizar un análisis por análisis de activación neutrónica son:

- una muestra para cuantificar su concentración en un determinado elemento,
- un conocimiento riguroso de todas las reacciones que tienen lugar entre los neutrones y la muestra seleccionada,
- una fuente de neutrones, y
- un detector para detectar la radiación emitida por la muestra.

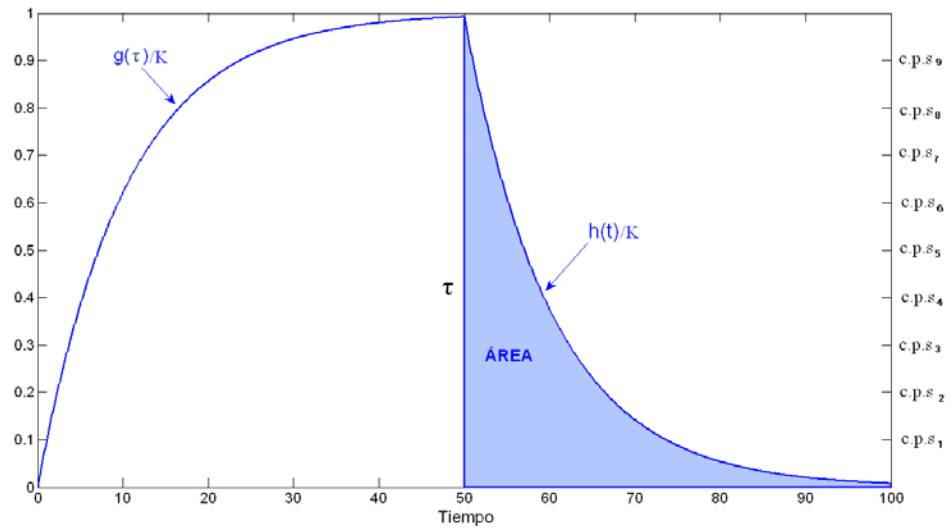


Figura 6. Radiación acumulada durante un proceso de activación.

El *análisis de activación cíclica* es un método de análisis elemental en el cual la muestra irradiada, decaída y contada, se vuelve a irradiar de nuevo, de manera que el proceso se repite un número de ciclos  $n$ , y el espectro obtenido de cada lectura se suma para dar el espectro total ([Hou X., 2000](#)) (Figura 7).

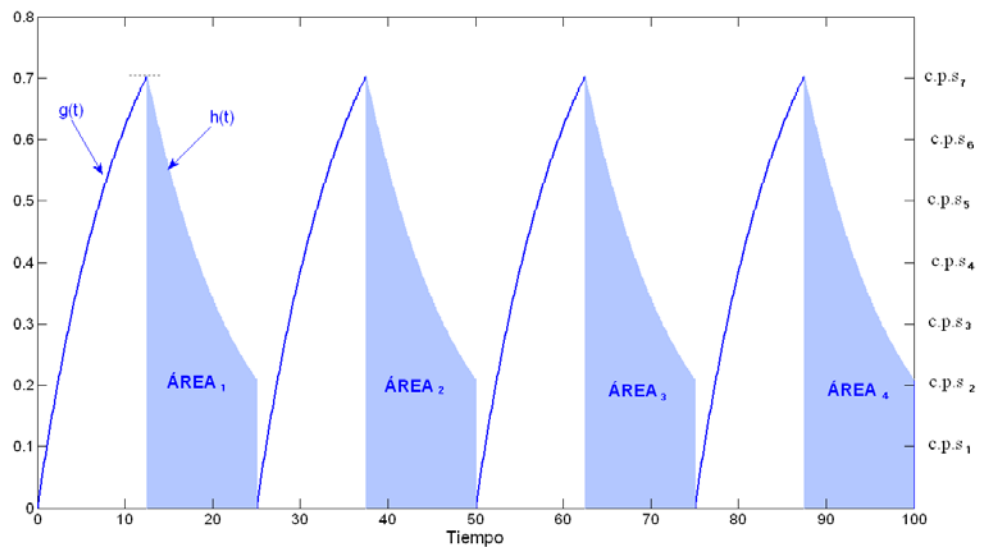


Figura 7. Método de activación cíclica.



Antes de pasar a detallar los diferentes equipos existentes para la producción de neutrones, es importante saber qué le ocurre a los neutrones cuando chocan con la materia.

### **2.1.2 Tipos de reacciones de los neutrones con la materia**

Las interacciones más significativas de los neutrones con la materia son las siguientes:

1. Dispersiones elásticas con los núcleos del material absorbente (n,el). La máxima transferencia media de energía tiene lugar cuando chocan neutrones con núcleos de masa similar, por ejemplo núcleos de hidrógeno, los cuales se convierten en los llamados protones de retroceso. Estos pierden seguidamente la energía recibida en el choque ionizando los átomos que se encuentran en su camino. Como consecuencia de estos choques los neutrones van perdiendo la energía hasta alcanzar la energía cinética media de los átomos o moléculas del medio. Estos son los neutrones térmicos.
2. Dispersiones inelásticas (n,inl). Tienen lugar cuando el núcleo después del choque queda en estado excitado y emite la energía en exceso por emisión, en general, de un fotón gamma. El neutrón cambia significativamente su energía, su dirección o ambas cosas.
3. Absorción o captura del neutrón por un núcleo del material absorbente. Se producen reacciones nucleares de diversos tipos, como captura radiactiva, emisión de partículas o fisión. Entre estas reacciones se encuentran las siguientes: emisiones alfa (n, $\alpha$ ); emisiones de protones (n,p), rayos gamma (n, $\gamma$ ), procesos no identificados (n,x), deuterio (n,d), tritio (n,T).

A continuación se detallan las diferentes fuentes de neutrones que se pueden emplear en un análisis de activación neutrónica.





### 2.1.2.1 Tipos de fuentes

Las fuentes de neutrones se clasifican según la energía de los neutrones en los siguientes tipos:

- Neutrones rápidos. Un neutrón rápido es un neutrón libre con un nivel de energía cinética cercana al 1MeV(100 TJ/kg), por lo tanto, con una velocidad de 14.000 km/s. Se llaman neutrones rápidos para distinguirlos de los neutrones térmicos de menor energía y de los neutrones de alta energía producidos en las cascadas de rayos cósmicos o en los aceleradores de partículas. En ocasiones, puede observarse que en la bibliografía se refiere a (FNAA “Fast Neutron Activation Analysis”) para referirse al flujo de neutrones rápidos típicos de los reactores.
- Neutrones térmicos. Un neutrón térmico es un neutrón libre con una energía cinética de alrededor de 0,025 eV (aproximadamente  $4,0 \times 10^{-21}$  J; 2,4 MJ/kg), y con una velocidad de 2,2 km/s.
- Neutrones epitermales. Un neutrón epitermal tiene una energía es de 0,025 a 1 eV.

Tabla 1. Características de las fuentes de neutrones.

		Energía de los neutrones		
		Reactor nuclear ( 3-14 MeV)	Fuente isotópica (3-10 MeV)	Generador de neutrones (~14MeV)
Tipos de neutrones	Neutrón termal	✓		
	Neutrón epitermal	✓		
	Neutrón rápido	✓	✓	✓



Considerando los diferentes rangos de energías que pueden tener los neutrones incidentes (entre 3 y 14MeV), se ha realizado una clasificación de las fuentes de neutrones según la Tabla 1 que se explicarán más detenidamente en los siguientes subapartados.

### 2.1.2.1.1 Reactores de neutrones

El funcionamiento de los reactores nucleares se basa en las reacciones que tienen lugar cuando un neutrón impacta con un núcleo. Los núcleos de átomos pesados, al ser bombardeados con neutrones se dividen en dos o más núcleos pequeños, además de algunos subproductos como neutrones libres, fotones (rayos gamma), fragmentos del núcleo como partículas alfa (núcleos de helio) y beta (electrones y positrones de alta energía). A este tipo de reacciones nucleares se las denomina reacciones de fisión nuclear. Las reacciones de fisión que tienen lugar en los reactores nucleares, se producen con núcleos de átomos pesados como el uranio, el plutonio, el torio...etc. La Figura 8 muestra la reacción de fisión del uranio 238 ( $^{238}\text{U}$ ), donde el color verde representa la fisión espontánea del uranio, en color amarillo la emisión de radiación alfa y en azul un isótopo inestable del torio.

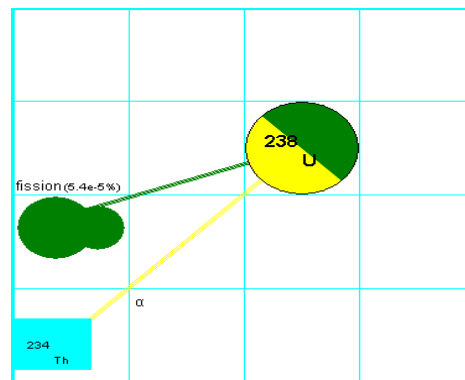


Figura 8. Reacciones de fisión del U-238 (fuente [Zagrebaev V.I., 2011](#)).

Los productos de la fisión son generalmente altamente radiactivos, es decir, no son isótopos estables; estos isótopos entonces decaen, mediante cadenas de desintegración. En el caso anterior, parte de la cadena de desintegración del  $^{238}\text{U}$  se muestra en la Figura 9.

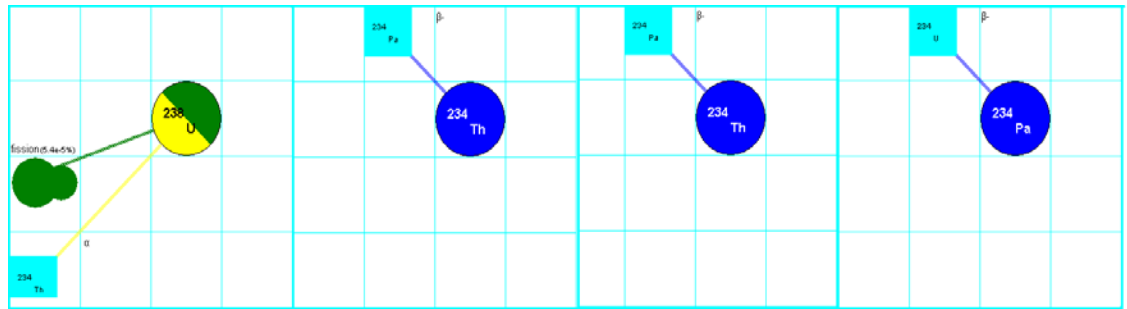


Figura 9. Parte de la cadena de desintegración del uranio-238 (fuente [Zagrebaev V.I., 2011](#)).

Por todo lo anteriormente expuesto, se define un reactor nuclear como una instalación capaz de iniciar, mantener y controlar las reacciones de fisión en cadena que tienen lugar en el núcleo del reactor.

Existen varios tipos de reactores nucleares. Estos se clasifican atendiendo a diversos criterios, los más comunes son los siguientes:

- Según la velocidad de los neutrones que producen las reacciones de fisión: reactores rápidos y reactores térmicos.
- Según el combustible utilizado: reactores de uranio natural, en los que la proporción del uranio 235 en el combustible es la misma que se encuentra en la naturaleza, esto es aproximadamente 0,7%, reactores de uranio enriquecido en los que la proporción del uranio 235 se ha aumentado hasta alcanzar un 3 ó un 4%. Otros utilizan óxidos mixtos de uranio y fósforo.
- Según el moderador utilizado: los que emplean agua ligera, agua pesada o grafito.
- Según el material usado como refrigerante: los materiales más utilizados son el agua (ligera o pesada) o un gas (anhídrido carbónico o helio), que a veces actúan simultáneamente como refrigerante y moderador. Otros refrigerantes posibles son el aire, el vapor de agua, metales líquidos o sales fundidas.



Aunque existen muchos diseños de reactores, los principios en los cuales están basados son muy similares. A continuación se detallan las partes que constituyen un reactor nuclear termal (Figura 10).

Un reactor térmico tiene los siguientes elementos:

- ✓ El núcleo

El núcleo es la parte del reactor donde se produce y se mantiene la reacción nuclear en cadena. Su objetivo es calentar el agua del circuito primario. Se diseña para operar de forma segura y controlada, de modo que se maximice la cantidad de energía extraída del combustible. El núcleo está formado por diferentes elementos y cada uno juega un importante papel en la generación de calor:

- ✓ Combustible

El combustible de un reactor nuclear es un material fisionable colocado de tal forma que es posible extraer rápidamente el calor que se produce en su interior debido a la reacción nuclear en cadena.

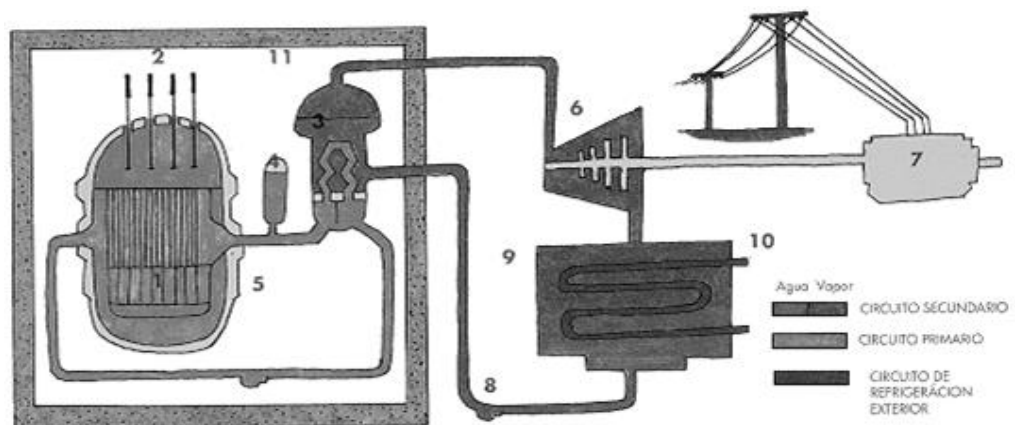


Figura 10. Elementos de un reactor nuclear. 1- Núcleo, 2- Barras de control, 3- Generador de vapor, 4- Presionador, 5- Vasija, 6- Turbina, 7- Alternador, 8- Bomba, 9- Condensador, 10- Agua de refrigeración, 11- Contención de hormigón.

- ✓ Barras de control



Las barras de control proporcionan un medio rápido para el control de la reacción nuclear, permitiendo efectuar cambios rápidos de potencia del reactor y su parada eventual en casos de emergencia. Están fabricados con materiales absorbentes de neutrones (carburo de boro o aleaciones de plata, indio y cadmio, entre otros). De modo, que la actividad del núcleo aumenta o disminuye subiendo o bajando las barras de control, es decir, modificando la presencia de material absorbente de neutrones.

Durante el funcionamiento del reactor las barras de control están total o parcialmente fuera del núcleo, de forma que, ante un fallo en el sistema de seguridad, las barras se introducen totalmente en el núcleo, absorbiendo la totalidad de los neutrones, y la parada del reactor se realiza en pocos segundos.

#### ✓ Moderador

Los neutrones producidos en la fisión tienen una elevada energía e forma de velocidad. Conviene disminuir su velocidad de modo que aumente la probabilidad de que fisionen otros átomos y no se detenga la reacción en cadena. Esto se consigue mediante choques elásticos de los neutrones con los núcleos del moderador.

Entre los moderadores más empleados destacan el agua ligera, el agua pesada y el grafito.

#### ✓ Refrigerante

La mayor parte de la energía desprendida por fisión es en forma de calor. A fin de poder emplear este calor, por el interior del reactor debe pasar un refrigerante que absorba y transporte dicho calor. El refrigerante debe ser anticorrosivo, tener una gran capacidad calorífica y no debe absorber neutrones. Los refrigerantes más usuales son gases, como el anhídrido carbónico y el helio, y líquidos como el agua ligera y el agua pesada. Incluso hay algunos compuestos orgánicos y metales líquidos como el sodio, que también se emplean para este fin.

#### ✓ Reflector



Es una reacción nuclear en cadena, un cierto número de neutrones tiene a escapar de la región donde esta se produce. Esta fuga neutrónica puede minimizarse con la existencia de un medio deflector, aumentando así la eficiencia del reactor. El medio reflector que rodea al núcleo debe tener una baja sección eficaz de captura para o reducir el número de neutrones y que se refleja el mayor número posible de ellos.

La elección del material depende del tipo de reactor. Si tenemos un reactor térmico, el reflector puede ser el moderador, pero si tenemos un reactor rápido el material del reflector debe tener una masa atómica grande para que los neutrones se reflejen en el núcleo con su velocidad original (dispersión inelástica).

#### ✓ Blindaje

Cuando el reactor esté en operación, se genera gran cantidad de radiación. Es necesaria una protección para aislar a los trabajadores de la instalación de las radiaciones ocasionadas por los productos de fisión. Por ello, se coloca un blindaje biológico alrededor del reactor para interceptar estas emisiones. Los materiales más usados para construir este blindaje con el hormigón, el agua y el plomo.

Los reactores tienen altos flujos de neutrones del orden de  $10^{12}$  a  $10^{15}$  n s /cm<sup>2</sup>. Sin embargo, un reactor no es un equipo portátil y fácil de manejar, puesto que requiere de un gran mantenimiento y un equipo muy preparado. A pesar de ello, se han realizado muchos análisis de activación neutrónica, aunque lo más usual y recomendable es el empleo de generadores de neutrones ya que proporciona varias ventajas que se verán en el siguiente apartado.

#### **2.1.2.1.2 Generador de neutrones**

Los generadores de neutrones son fuentes de neutrones que contienen aceleradores lineales compactos y que producen neutrones por la fusión de isótopos de hidrógeno entre sí. Los aceleradores lineales de partículas constan de los siguientes elementos:



- Una fuente de partículas. El diseño de las fuentes de partículas depende del tipo de partícula que se desea mover. Los electrones son generados por cátodos fríos, calientes, fotocátodos o por fuentes de iones de radio frecuencia (RF). Los protones son generados por fuentes de iones (Figura 11), los cuales pueden tener diferentes diseños. Por otra parte, para mover partículas pesadas, por ejemplo iones de uranio, son necesarios fuentes de iones especiales.
- Una fuente de alto voltaje para la inyección inicial de las partículas.
- Una tubería hueca o cámara de vacío. Dentro de la cámara se dispone de unos electrodos cilíndricos aislados eléctricamente, cuya longitud varía dependiendo del tipo de partícula que se quiera acelerar.

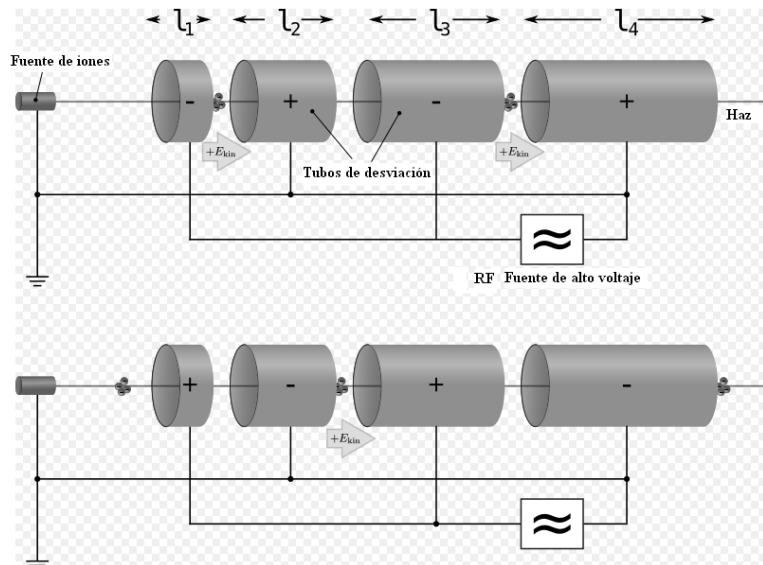


Figura 11. Acelerador lineal de partículas.

- Una o más fuentes de radiofrecuencia RF para energizar los electrodos.
- Un objetivo apropiado. Si los electrones son acelerados para producir rayos X entonces se emplea un objetivo de tungsteno refrigerado con agua. Si se aceleran protones u otros nucleídos se pueden emplear diferentes objetivos dependiendo de la investigación.



Los generadores de neutrones se clasifican en función de las reacciones de fusión. La fusión entre átomos de hidrógeno puede producirse acelerando el deuterio ( $^2\text{H}$ ), tritio ( $^3\text{H}$ ), o una mezcla de ambos isótopos. Los generadores de neutrones producen campos de  $10^{11}\text{n/s}$  cuando la fusión es deuterio-Tritio y de  $10^9\text{ n/s}$  cuando es deuterio-deuterio.

A la derecha de Figura 12 se muestra la fusión de dos átomos de deuterio que dan lugar a la formación del ion-3 ( $^3\text{He}$ ) y un neutrón con una energía cinética de 2,5MeV. Mientras que en a la izquierda de la misma figura se muestra el ion-4 ( $^4\text{He}$ ) resultado de fusionar un átomo de deuterio con tritio. El neutrón generado en esta fusión, tiene una energía cinética de aproximadamente 14,1MeV.

Los neutrones producidos a partir de la reacción DT son emitidos isotrópicamente, es decir, uniformemente en todas direcciones, mientras que los neutrones de la reacción DD son ligeramente mayores en la dirección de avance (a lo largo del eje del haz de iones). En ambos casos, el nucleído de He asociado a las partículas alfa son emitidos en la dirección opuesta al neutrón. La reacción deuterio-tritio (DT) es más usada que la reacción deuterio-deuterio (DD) porque el rendimiento de la reacción DT es entre 50 y 100 veces mayor que la del DD.

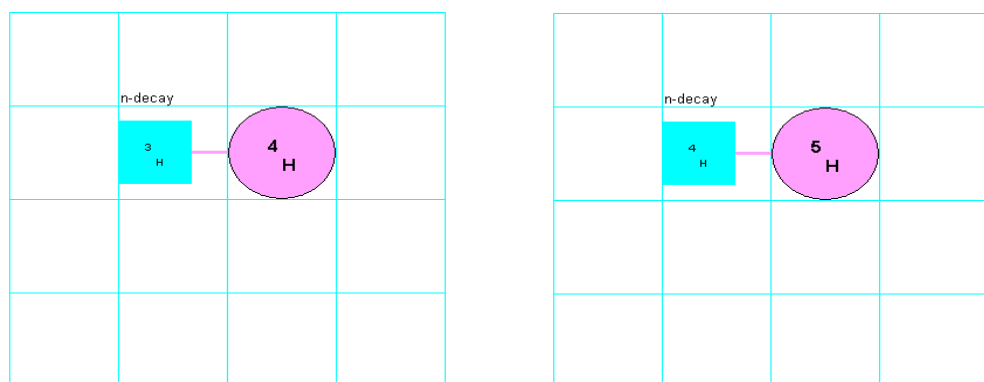
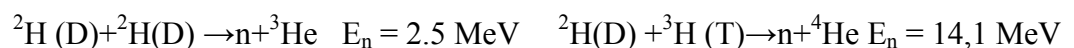


Figura 12. Reacciones de fusión entre átomos de deuterio con deuterio y deuterio con tritio, respectivamente (fuente [Zagrebaev V.I., 2011](#)).





En este caso, los iones de deuterio que bombardean el tritio son producidos por una fuente de iones alimentada por una fuente de alimentación de alta tensión de 0-10kV. Esta es una de las grandes ventajas de los generadores de neutrones, ya que para dejar de producir neutrones basta con dejar de alimentar la fuente de iones por lo que la operación es más segura para el operador. Por otra parte, los generadores son portátiles y fáciles de manejar por lo que suelen ser instalados en emplazamientos industriales para realizar análisis de activación neutrónica.

Existe la posibilidad de emplear fuentes isotópicas en análisis de activación, tal y como se explica en el siguiente apartado.

### ***2.1.2.1.3 Fuentes isotópicas***

Las fuentes isotópicas son empleadas cuando las muestras no pueden ser irradiadas por neutrones termales procedentes de un reactor. Su principal desventaja respecto a los reactores y generadores, es un flujo de neutrones bajo. Por una parte, los generadores tienen un flujo de  $10^6$  a  $5 \cdot 10^{11}$  n s /cm<sup>2</sup>, mientras que las fuentes isotópicas tienen un flujo que oscila entre  $10^4$  y  $10^6$  n s /cm<sup>2</sup>.

Las fuentes isotópicas tienen un amplio rango de geometrías que determina la forma y el tamaño del contenedor de la muestra, y al igual que los generadores son fáciles de transportar y manipular por ello se emplean en muchas aplicaciones industriales. Este tipo de fuentes destacan por tener un bajo coste comparado con los reactores nucleares, así como por su simplicidad de instalación y operación.

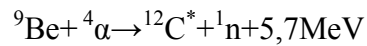
Existen varios tipos de fuentes isotópicas como por ejemplo: fuentes alfa-neutrón ( $\alpha, n$ ), las fuentes gamma-neutrón ( $\gamma, n$ ) y de emisión espontánea. A continuación se concretan algunos aspectos de cada una de estas fuentes isotópicas.

#### Fuentes isotópicas basadas en la reacción ( $\alpha, n$ ) con el berilio como objetivo

Las fuentes de neutrones, más empleadas, que se basan en la reacción ( $\alpha, n$ ) son las fuentes de <sup>210</sup>Po, de <sup>239</sup>Pu y <sup>241</sup>Am. A continuación, se emplea una fuente de Americio-Berilio para explicar el fundamento teórico de este tipo de fuentes, siendo igual para el resto.



La emisión de neutrones de una fuente de Americio Berilio se produce a partir de una reacción (n, $\alpha$ ), donde las partículas alfa son originadas a partir del decaimiento espontáneo del  $^{241}\text{Am}$  que son capturadas por los núcleos de berilio dando lugar a la reacción:



Los neutrones emitidos tienen unas energías cinéticas están comprendidas en un intervalo de 3 a 10 MeV (Figura 13).

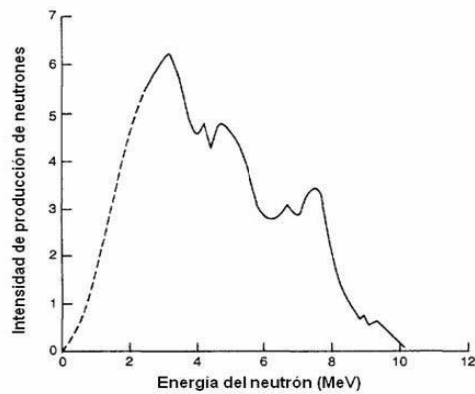


Figura 13. Espectro de energía tipo de una fuente de  $^{241}\text{Am}$ -Be (Tesis doctoral [Rev Ronco M.A., 2007](#)).

La Figura 14 muestra la fisión del  $^{241}\text{Am}$ , donde en color verde se representa la fisión espontánea y en amarillo la emisión de rayos alfa. Posteriormente, estos rayos alfa son capturados por los núcleos estables de  ${}^9\text{Be}$  representados en color negro.

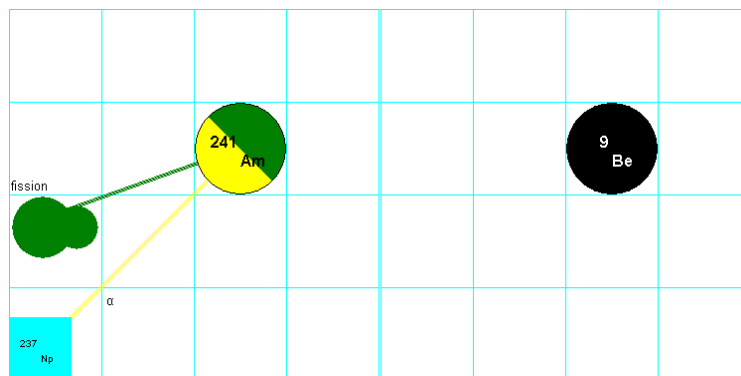


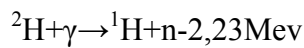
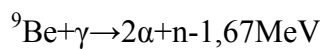
Figura 14. Fisión espontánea del  $^{241}\text{Am}$  (fuente [Zagrebaev V.I., 2011](#)).



Este tipo de fuentes se fabrican sinterizando y encapsulando, generalmente en acero inoxidable doble capa, una mezcla de polvos de óxido de americio y berilio metálico. Los neutrones emitidos por esta fuente son rápidos, del orden de 4MeV de energía promedio.

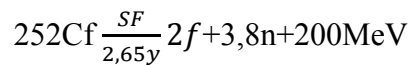
### Fuentes isotópicas basadas en la reacción ( $\gamma$ , n) con berilio o deuterio

Las reacciones que tienen lugar dependen del núcleo objetivo, ya que puede ser berilio o deuterio ( $^2\text{H}$ ).



### Fuente fisión espontánea de $^{252}\text{Cf}$

La fuente isotópica basada en la fisión espontánea del  $^{252}\text{Cf}$ , se rige por la reacción:



en la que el  $^{252}\text{Cf}$  emite neutrones por fisión espontánea, según la Figura 15.

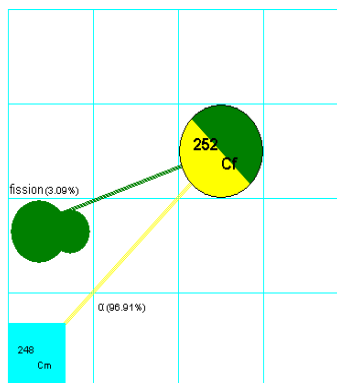


Figura 15. Fisión espontánea del  $^{252}\text{Cf}$  (fuente [Zagrebaev V.I., 2011](#)).

La principal ventaja de las fuentes isotópicas ( $\alpha$ , n) y de fisión espontánea es su elevada vida media. En el caso de una fuente isotópica de californio ( $^{252}\text{Cf}$ ) su vida media es de 2,6 años. Mientras que la vida media del  $^{241}\text{Am}$  de una fuente de Americio Berilio (Am-Be) es de 458 años.



Las fuentes isotópicas, y especialmente, las fuentes de Americio Berilio no se suelen emplear en la detección de la radiación gamma producida simultáneamente al bombardeo de neutrones (PGNAA), ya que cuando los neutrones inciden sobre los núcleos de  $^{241}\text{Am}$  se genera una elevada emisión de rayos gamma en el decaimiento del  $^{12}\text{C}^*$  (del orden de 4,44MeV) dando lugar a un espectro con un fotopico en torno a 4,44MeV y dos picos de escape proveniente de la propia fuente de neutrones ([Tartaglione A., 2009](#)).

### 2.1.2.2 Tipos de detectores de radiación gamma

En aplicaciones radioquímicas, radiofísicas o de física nuclear es necesario conocer la distribución energética (espectro de energías) de las radiaciones emitidas por una muestra. Para determinar el espectro de energía de un emisor dado, se debe contar con un dispositivo detector, que entregue una respuesta proporcional a la energía de la radiación incidente (Figura 16).

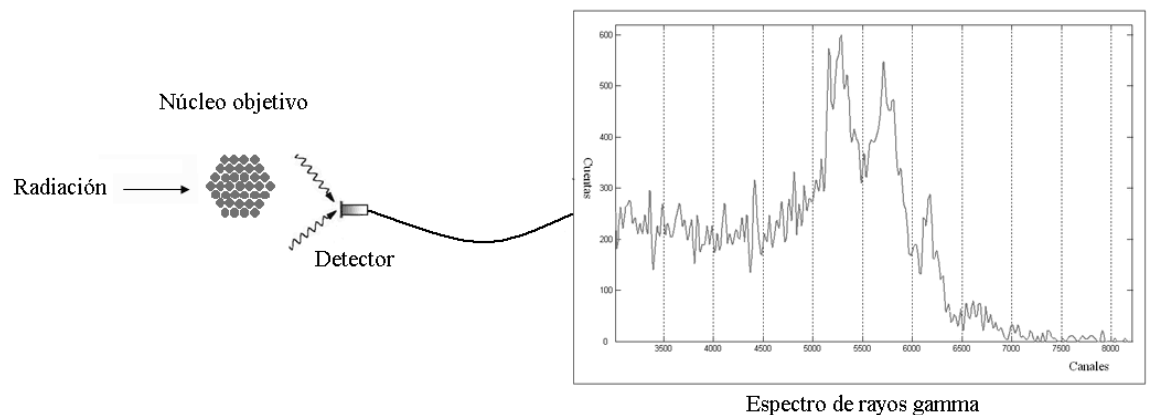


Figura 16. Detección de la radiación gamma.

La relación entre la energía incidente en el detector respecto a la emitida por la fuente se conoce como eficiencia y se define como:

$$\text{Eficiencia} = \frac{\text{Cuentas netas por unidad de tiempo}}{\text{Actividad de la fuente}}$$



Por tanto, la eficiencia o capacidad de absorción de la radiación está directamente relacionada con la geometría u la disposición fuente-detector. De modo que una eficiencia del 100% implica que el detector registra toda la radiación emitida por la fuente. En realidad, no toda la energía incidente genera una respuesta y esto es debido a las diferentes interacciones producidas entre las partículas y la materia. Cuando un rayo gamma constituido por fotones de alta energía penetra en el interior del detector, pueden ocurrirle varias cosas:

- que salga del detector sin haber sufrido ninguna interacción con la materia del detector, o
- que interactúe con la materia del detector. En este caso, hay varios tipos de interacción (Figura 17):

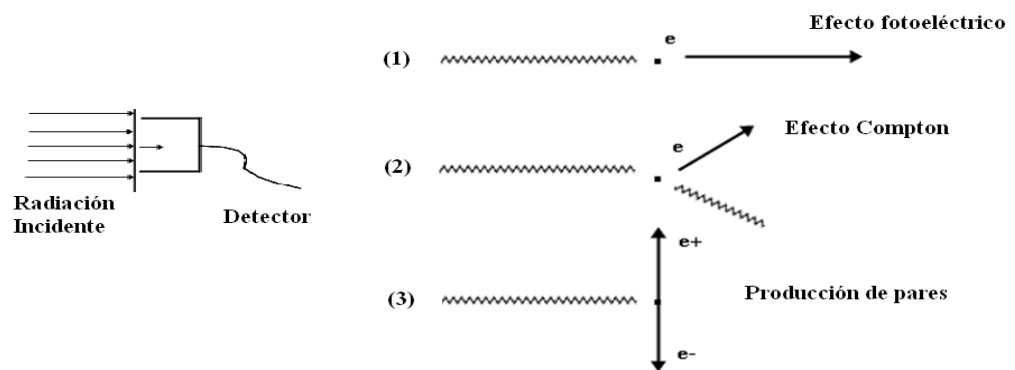


Figura 17. Efectos sufridos al interaccionar un rayos gamma con la materia del detector.

(1) El *efecto fotoeléctrico* consiste en que el fotón se encuentra con un electrón del material y le transfiere toda su energía, desapareciendo el fotón original. El electrón secundario adquiere toda la energía del fotón en forma de energía cinética, y es suficiente para desligarlo de su átomo y convertirlo en proyectil.

Este efecto tiene mayor importancia cuando aumenta el número atómico del material con que interactúa la radiación, es decir, los elementos con número atómico más alto, son los más apropiados para



ser usados como absorbedores o detectores de rayos gamma.

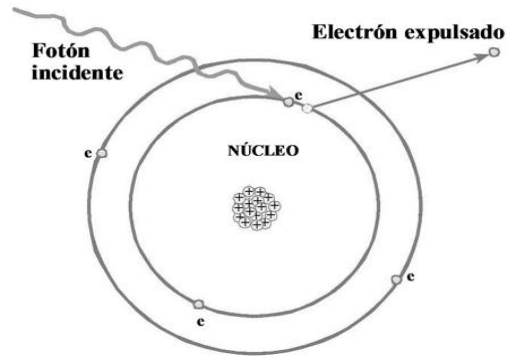


Figura 18. Efecto fotoeléctrico.

- (2) En el *efecto Compton* el fotón choca con un electrón como si fuera un choque entre dos esferas elásticas. El electrón secundario adquiere sólo parte de la energía del fotón y el resto se la lleva otro fotón de menor energía que será desviado.

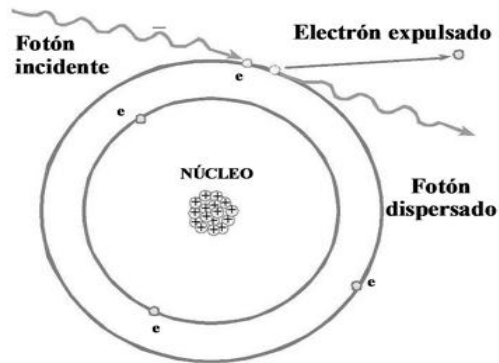


Figura 19. Efecto Compton.

- (3) En la *producción de pares* el fotón se transforma en un par electrón-positrón. Esto ocurre cuando la energía del fotón incidente es mayor que 1,02 MeV, el excedente se lo reparten el electrón y el positrón como energía cinética. El positrón al final de su trayecto forma un positronio y luego se aniquila produciéndose dos fotones de aniquilación, de 0,51 MeV(511KeV) cada uno.

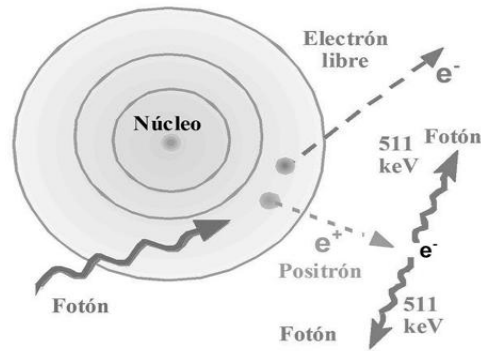


Figura 20. Efecto producción de pares.

Cada uno de los efectos mencionados predomina a diferentes energías de los fotones. A bajas energías predomina el efecto fotoeléctrico; a energías medianas (alrededor de 1MeV) el efecto Compton; y a energías mayores, el efecto de la producción de pares.

Las repuestas producidas al incidir la energía en el detector se transforman en pulsos eléctricos que son registrados en una serie de canales. Posteriormente se determina la relación canal-energía.

#### **2.1.2.2.1 Detectores de ionización gaseosa**

Estos detectores, como su nombre indica, constan de un gas encerrado en un recipiente de paredes. Los iones positivos y negativos (electrones), producidos por la radiación dentro del gas, se recogen directamente en un par de electrodos a los que se aplica un alto voltaje. La corriente eléctrica así inducida, en general es en forma de pulsos de corta duración; estos pulsos son contados directamente.

Los contadores de gas, debido a la baja densidad de un gas tienen baja eficiencia para detectar rayos X y rayos gamma (del orden de un 1%), sin embargo, detectan prácticamente toda la radiación alfa y beta que logran traspasar las paredes del detector. Los detectores de ionización gaseosa funcionan del siguiente modo:

- Cuando la radiación interacciona con el gas crea portadores de carga (electrones).



- Bajo la acción de un campo eléctrico, los portadores de carga se dirigen a los electrodos de recogida (ánodo y cátodo) (Figura 21).
- La corriente (o el impulso) registrada es proporcional a la carga creada, que es función de la energía cedida por la partícula o el fotón.

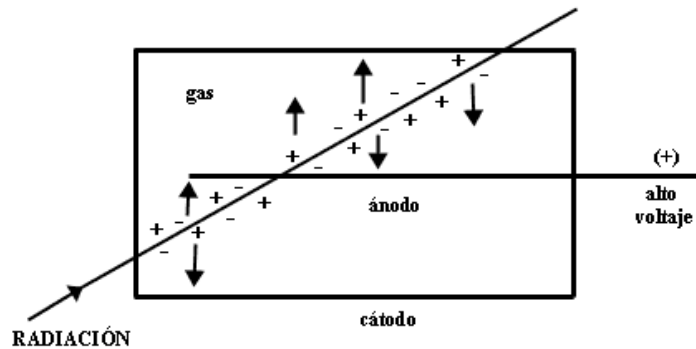


Figura 21. Funcionamiento de un detector gaseoso.

Dependiendo del voltaje de operación se distinguen diferentes tipos de detectores: cámara de ionización, proporcionales y Geiger-Müller. En la Figura 22 se diferencian las regiones de los diferentes detectores respecto al número de iones recogidos en los electrodos, para partículas alfa y beta respectivamente.

En la región I el voltaje es tan bajo que la velocidad que adquieren los iones y electrones es pequeña, dando lugar a una alta probabilidad de que se recombinen. Por el peligro de perder información, esta región normalmente no se usa.

En la región de voltaje II, el número de iones recolectados no cambia si se aumenta el voltaje. Se recogen en los electrodos esencialmente todos los iones primarios; es decir, no hay ni recombinación ni ionización secundaria. Por esta razón, el tamaño del pulso depende de la ionización primaria y, por lo tanto, de la energía depositada por cada radiación. Se llama región de *cámara de ionización* y se usa para medir la energía de la radiación, además de indicar su presencia. En general, la corriente generada en estas cámaras es tan pequeña que se requiere de un circuito electrónico amplificador muy sensible para medirla.



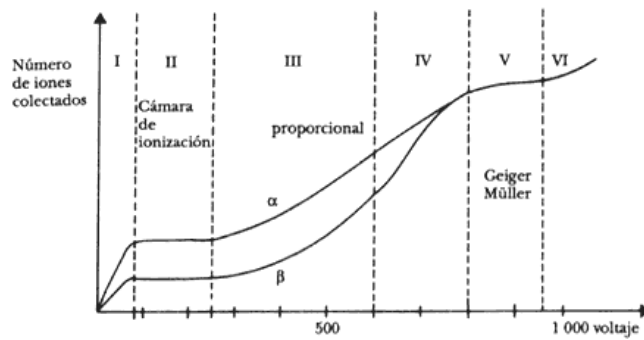


Figura 22. Regiones de operación de un detector gaseoso.

En la región III, llamada *proporcional*, la carga colectada aumenta al incrementarse el voltaje. Esto se debe a que los iones iniciales (primarios) se aceleran dentro del campo eléctrico pudiendo, a su vez, crear nuevos pares de iones. Si uno sube el voltaje, la producción cada vez mayor de ionización secundaria da lugar a un efecto de multiplicación. Los pulsos producidos son mayores que en la región anterior, pero se conserva la dependencia en la energía de las radiaciones.

Aumentando aún más el voltaje, se llega a la región IV, llamada de proporcionalidad limitada, que por su inestabilidad es poco útil en la práctica. Si sigue aumentándose el voltaje, se llega a la región V, llamada *Geiger-Müller*. En esta región la ionización secundaria y la multiplicación son tan intensas que se logra una verdadera avalancha de cargas en cada pulso. Los pulsos son grandes por la gran cantidad de iones colectados, pero se pierde la dependencia en la ionización primaria.

Los detectores Geiger-Müller (o sencillamente contadores Geiger) que operan en esta región son indicadores de la presencia de radiación, pero no pueden medir su energía. Son los más usados porque son fáciles de operar, soportan trabajo pesado, son de construcción sencilla y se pueden incorporar a un monitor portátil. Generalmente operan con voltaje de alrededor de 700 a 800 volts, pero esto puede variar según el diseño de cada detector.



Si se incrementa el voltaje aún más, se obtiene una descarga continua (región VI), no útil para conteo.

#### ***2.1.2.2 Detectores de centelleo o escintilométricos***

Los detectores escintilométricos están formados por un fotocátodo y por tubos fotomultiplicadores. Un fotocátodo es un dispositivo sensible a la luz formado por una capa de una sustancia metálica como el cesio, sodio o antimonio sobre una base de cuarzo a vidrio, que descarga electrones cuando se expone a cierto nivel de luminosidad.

El primer elemento del fotomultiplicador es el fotocátodo, que es el encargado de transformar los fotones de luz en electrones, que posteriormente se amplifican a través de los distintos electrodos del fotomultiplicador.

El principio de funcionamiento de los detectores de centelleo es sencillo, cuando la radiación incide sobre el fotocátodo, se produce un destello de luz de corta duración, aproximadamente de  $4 \cdot 10^{-7}$  s, siendo su intensidad proporcional a la radiación recibida. Simultáneamente, la luz producida da lugar a una emisión de electrones también proporcionales a la radiación. Estos electrones son atraídos por un electrodo positivo de potencial 100v, de manera que por cada electrón que incide sobre el cristal se liberan al menos tres electrones. Estos nuevos electrones liberados son acelerados a un segundo electrodo con un potencial mayor (200v) multiplicando el número de electrones liberados. Este proceso se repite hasta obtener un millón de electrones a la salida de un electrodo de 1000v.

El último electrodo logra una señal eléctrica lo suficientemente grande para poder ser manejada con amplificadores y analizadores de pulsos convencionales, determinando el valor de pulsos por segundos en un determinado intervalo de tiempo.

El resultado final es un pulso eléctrico amplificado a la salida y proporcional a la radiación recibida por el cristal.

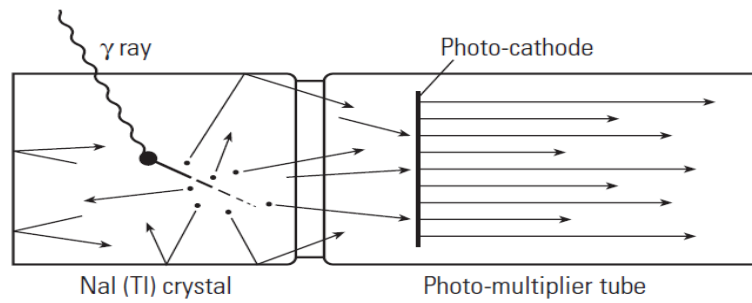


Figura 23. Detector de centelleo asociado a un fotomultiplicador (fuente [Ellis et al., 1987](#)).

El funcionamiento de un detector de centelleo está íntimamente relacionado con los procesos de interacción de los rayos gamma con el material del detector. El caso ideal, se produce cuando todos los rayos gamma que incide en el cristal del detector son absorbidos, de modo que los electrones generados adquieren la misma energía que los rayos gamma incidentes. El resultado es un espectro con un único pico  $E_\gamma$  debido al efecto fotoeléctrico.

En realidad, cuando los rayos gamma inciden sobre el cristal no solo se produce el efecto fotoeléctrico sino que tienen lugar las denominadas colisiones Compton. Estas colisiones producen en la señal del espectro la denominada “cola Compton de rayos gamma”, donde los electrones generados solo tienen una parte de la energía inicial (Figura 24).

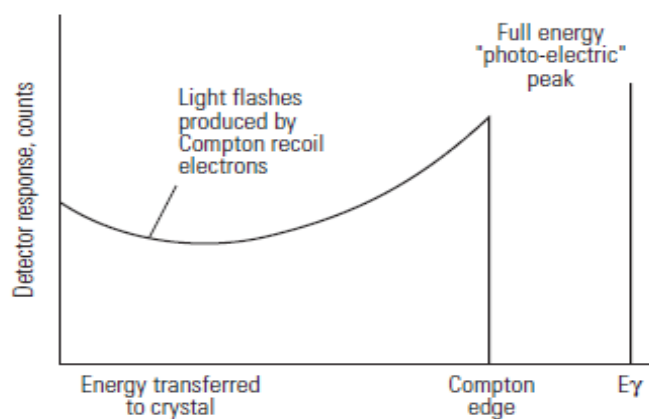
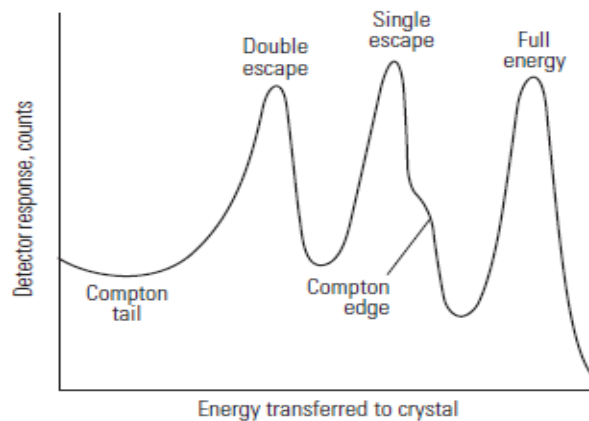


Figura 24. Representación de los efectos Compton y fotoeléctrico en un detector de NaI (fuente [Ellis et al., 1987](#)).



Además si los rayos gamma incidentes tienen una energía lo suficientemente alta, puede haber una producción de pares. En este caso, si uno o más fotones de 511KeV escapan del detector sin interactuar con él, se observará en el espectro los denominados “primer y segundo pico de escape” (Figura 25). El efecto Compton y la producción de pares son los responsables de reducir la detección de la radiación.



**Figura 25.** Representación de los efectos fotoeléctrico, Compton y producción de pares en un detector de NaI (fuente [Ellis et al., 1987](#)).

Los detectores escintilométricos se pueden clasificar atendiendo al cristal empleado para absorber la radiación gamma, de modo que se clasifican en detectores de NaI(Tl), CsI(Na), CsI(Tl) y BGO ( $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ). La Figura 24 compara tres de estos detectores y se observa como el cristal de NaI(Tl) emite mayor luminiscencia que el resto.

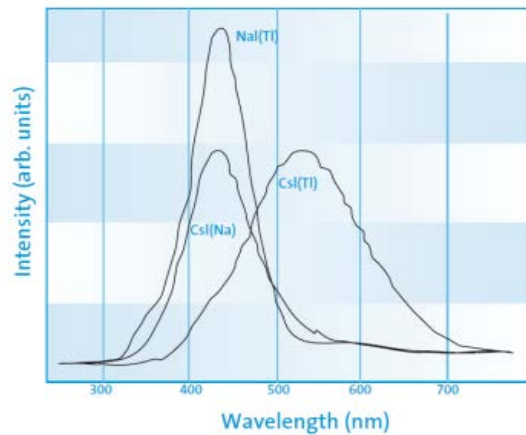


Figura 26. Espectro de emisión de un detector de NaI(Tl) junto con otros detectores (fuente: [Saint Gobain](#)).

Sin embargo, existe un detector con mejores propiedades para la absorción de la radiación, se trata del detector escintilométrico de germanato de bismuto también conocido como BGO ( $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ ). Estas propiedades son el tamaño, la densidad y el número atómico del cristal escintilométrico y la resolución.

La Figura 27 muestra que para una energía de 1000KeV y empleando un detector de BGO de 2" su eficiencia de absorción es del 90%, mientras que para la misma energía y dimensiones, un detector de NaI no llega al 70%. Esto es debido a que el detector BGO tiene mayor densidad y número atómico (Tabla 2).

Tabla 2. Propiedades de los detectores.

Detector	Densidad ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	Número atómico
Detector de NaI	3,67(20°C)	Na (11)
Detector BGO	7,13(20°C)	Bi (83)

Para que un rayo gamma quede registrado en el detector, este debe alcanzarlo e interactuar con su volumen sensible (cristal). De modo que, si incrementamos el tamaño del cristal aumenta la eficiencia (Figura 27).

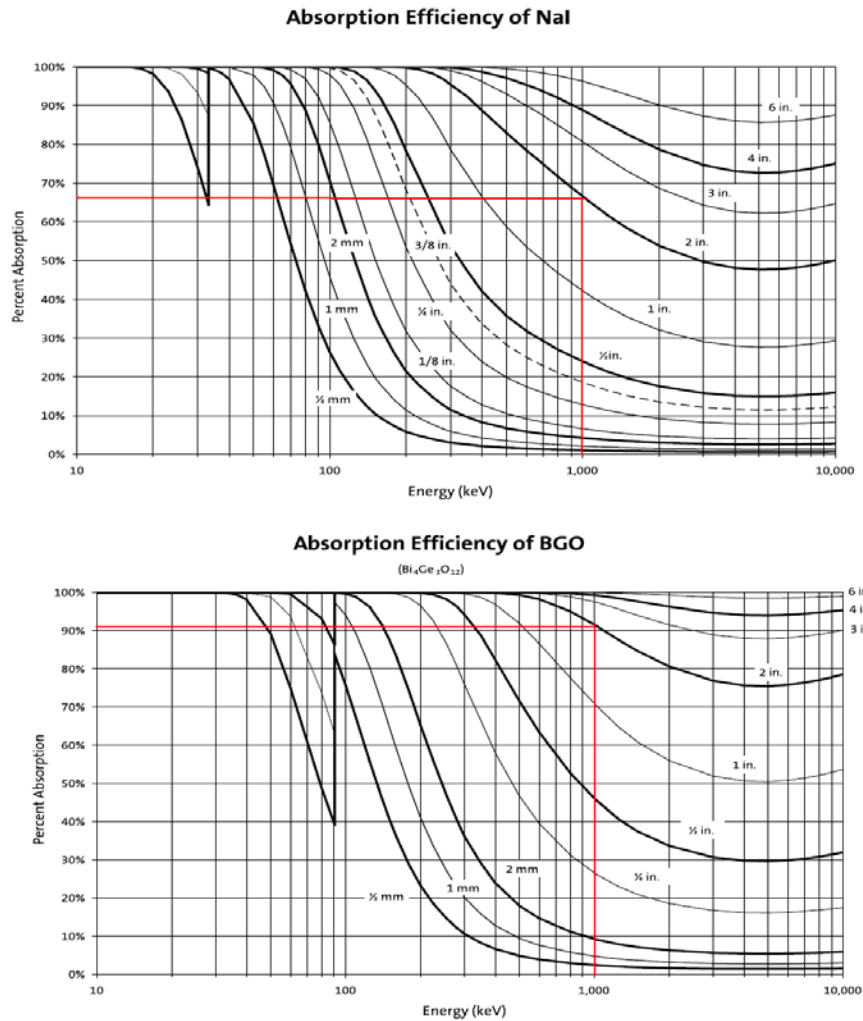


Figura 27. Comparación entre la eficiencia de los detectores de NaI y los BGO (fuente: [Saint Gobain](#)).

Por otra parte, una importante propiedad de un detector para su uso en espectrometría es la capacidad para poder discriminar energías muy próximas entre sí. Esta propiedad se conoce como “resolución energética”.

En una situación ideal, una radiación gamma monoenergética detectada por el detector admitiría una respuesta lineal, es decir, proporcionalidad entre la amplitud del impulso y la energía de la partícula. Y la función respuesta sería una línea infinitamente estrecha situada en la energía  $E$  de la partícula incidente. En esta situación, dos líneas monoenergéticas separadas por un intervalo energético



$\Delta E$  serían apreciables y la resolución energética o capacidad para discernir entre dos líneas espectrales sería perfecta (Figura 28).

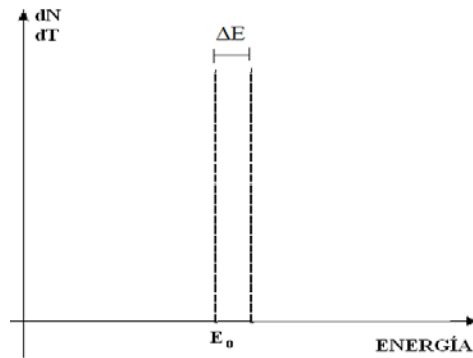


Figura 28. Resolución energética en un caso ideal.

Sin embargo, las condiciones reales implican una serie de fluctuaciones estadísticas que conducen a una degradación de la distribución teórica, a una distribución de Gauss, como se pone de manifiesto en la Figura 29, en la que se han representado dos casos: buena y de mala resolución.

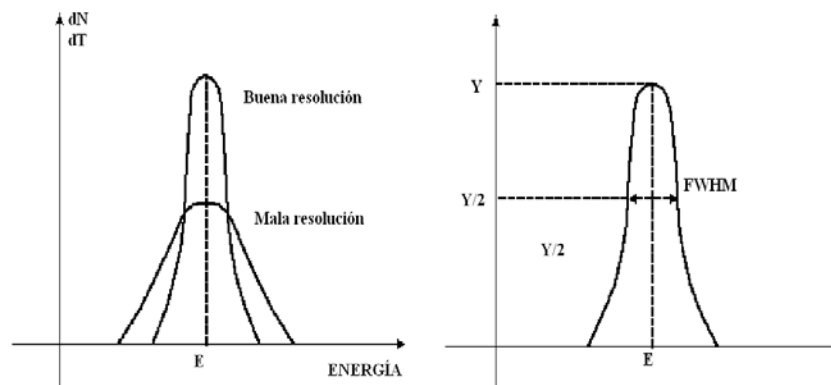


Figura 29. Resolución de un detector.

Evidentemente, que cuanto más estrecha es la distribución espectral de la línea observada, mayor es la capacidad de resolver detalles finos del espectro.



De modo que, se define el parámetro llamado resolución en energía como la anchura a la mitad de la altura (Full Width at Half Maximum FWHM) dividido por la energía del pico.

$$r = \frac{FWHM}{E}$$

La Figura 30 muestra en color azul la suma de dos señales idénticas separadas la distancia FWHM tal y como se vería en un espectro. Con esta figura se pretende mostrar que la mínima distancia entre dos picos dentro de un espectro debe ser al menos igual a FWHM para que pueda ser detectado.

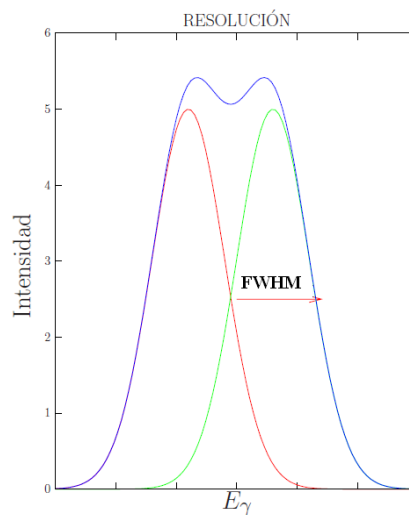


Figura 30. Resolución de un detector.

Por todo ello, se deduce que cuanto menor es el valor de la resolución de un detector dado, mejor diferenciará energías de valores cercanos entre sí.

### **2.1.2.3 Elementos asociados a los detectores de radiación**

Existen otros elementos asociados a los detectores de radiación que permiten obtener un espectro de energías adecuado para su posterior interpretación. Estos elementos son: el fotomultiplicador, el preamplificador, el amplificador y el convertidor analógico digital (Figura 31).



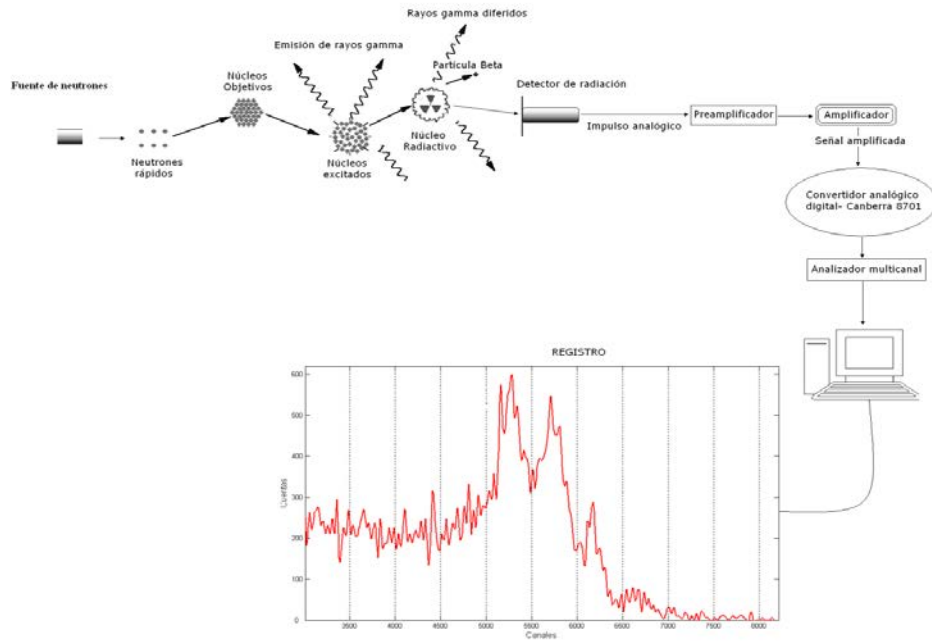


Figura 31. Elementos asociados a la medida de la radiación.

### 2.1.2.3.1 Fotomultiplicador

Un fotomultiplicador está formado por un fotocátodo o cristal, que emite electrones cuando sobre él inciden fotones de energía adecuada. Un campo eléctrico acelera estos electrones y los dirige hacia una serie de ánodos, que reciben el nombre de dínodos. El número de dínodos y su disposición varía con el modelo del fotomultiplicador.

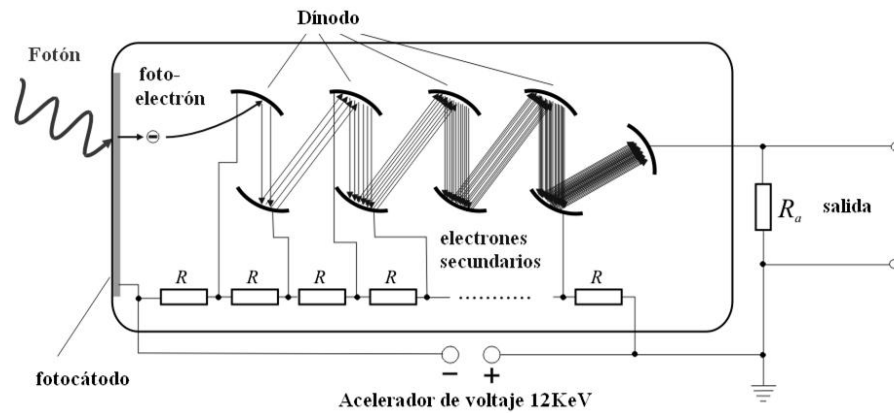


Figura 32. Esquema de un fotomultiplicador.



La energía de los electrones incidentes en el primer dínodo provoca la emisión de un número mayor de electrones secundarios que son dirigidos otro. Así ocurre la multiplicación en cada dínodo, de modo que el número final de electrones es  $N_e$  y son recogidos por el último electrodo, llamado colector.

Los electrones finalmente pasan a través de una resistencia, produciendo una caída de voltaje a través de este. La caída de voltaje es de corta duración y es proporcional a  $N_e$ . Este pulso eléctrico puede ser analizado y amplificado (Figura 32).

### 2.1.2.3.2 Preamplificador

Los preamplificadores asociados a los detectores de radiación realizan tres funciones esenciales:

- convertir la carga a tensión,
- modelar y,
- amplificar la señal

Para ello, el amplificador requiere de un circuito eléctrico denominado integrador. Un circuito integrador está formado principalmente por una resistencia ( $R_1$ ), un condensador ( $C$ ) y un amplificador operacional. En ocasiones, se añade una segunda resistencia ( $R_2$ ) para impedir la inestabilidad del circuito. En la Figura 33 puede verse una imagen del esquema eléctrico descrito.

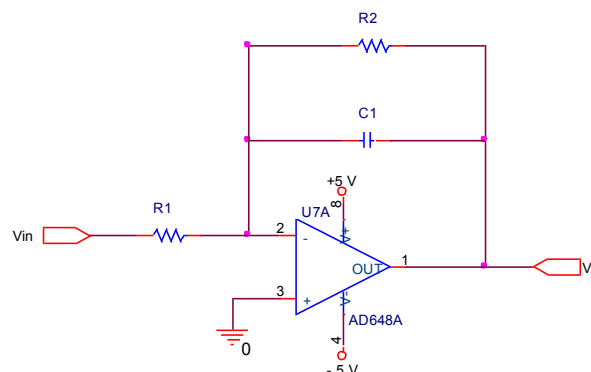


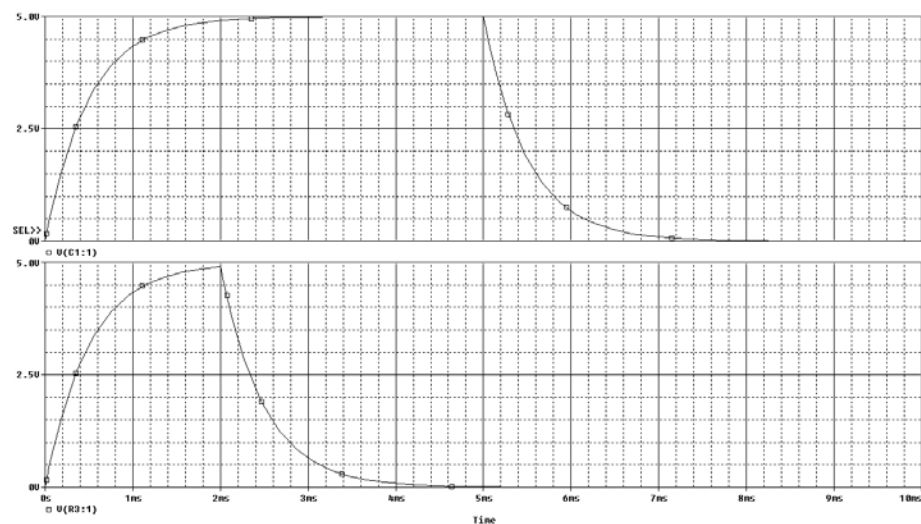
Figura 33. Esquema eléctrico de un circuito integrador genérico.



En cuanto a su funcionamiento, la carga eléctrica procedente del fotomultiplicador se transmite al condensador, produciendo un nivel de tensión que es proporcional tanto al número de electrones  $N_e$ , como al tiempo de duración del evento.

La Figura 34 representa para un determinado detector el efecto de la tensión sobre el condensador. La parte superior de la Figura 34 muestra un ejemplo de la tensión en el condensador para una determinada energía de radiación incidente, y la parte inferior representa, el nivel de tensión para el mismo nivel de energía incidente tras haber reducido el tiempo de exposición, es decir, en este segundo caso, se reduce el tiempo en que el detector está registrando la radiación emitida por la muestra previamente activada.

En el primer evento, se produce un cierto régimen transitorio durante 3 ms hasta alcanzar el régimen permanente o el máximo nivel de tensión de 5 V. Finalizado el evento, el condensador se descarga paulatinamente. Por el contrario, en el segundo evento, el tiempo de exposición entre el detector y muestra es tan pequeño, que no se llega a alcanzar el tiempo mínimo requerido para alcanzar el máximo nivel de tensión (5 V), y el condensador empieza a descargarse antes de alcanzar el régimen permanente.



**Figura 34. En la parte superior: Tensión de salida del preamplificador para un determinado evento. En la parte inferior: Tensión de salida del preamplificador para el mismo evento tras reducir el tiempo de exposición.**



Por tanto, uno de los principales objetivos en el diseño de un preamplificador es obtener una respuesta dinámica muy rápida. De esta manera, se consigue modelar las señales (régimen transitorio y permanente).

### 2.1.2.3.3 Amplificador

Todos los amplificadores tienen una cosa en común, y es que deben ser capaces de procesar la información en forma de pulsos magnificando la señal recibida por el preamplificador.

La Figura 35-A muestra un ejemplo de la señal a la salida del preamplificador. En este caso se producen los eventos 1 y 2 de manera consecutiva, es decir, se genera un nuevo pulso (evento 2) en la cola del pulso anterior. Asimismo, en el evento 3 se da una circunstancia similar. El resultado a la salida del preamplificador es una escalera con “escalones irregulares”.

Para compensar estos “escalones”, la primera tarea del amplificador es restaurar el nivel de tensión de referencia de cada pulso (Figura 35-B), a esta etapa se le denomina diferenciación. En la práctica, la diferenciación se lleva a cabo mediante el filtrado de unos determinados componentes de frecuencia.

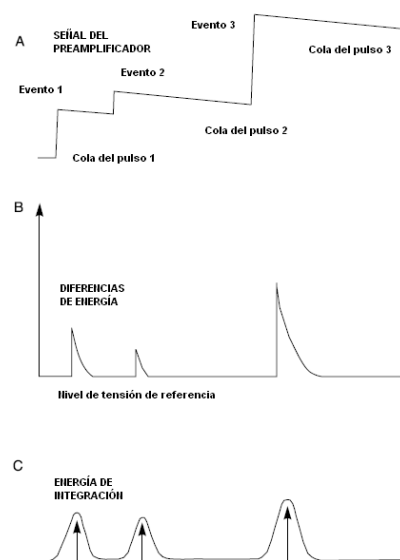


Figura 35. Señal a la salida del preamplificador; B. Señal de diferenciación; C. Pulsos obtenidos tras la integración.



Después del diferenciador, la señal es integrada, reduciendo el ruido y precisando la amplitud de cada pulso (Figura 35-C).

#### **2.1.2.3.4 Analizador multicanal**

En general, un convertidor analógico digital genera una palabra digital proporcional a la amplitud de un pulso de entrada.

En aplicaciones nucleares, los convertidores analógicos digitales son usados para digitalizar las señales de salida de los amplificadores espectroscópicos. Los pulsos a la salida de los amplificadores tienen unas amplitudes que son directamente proporcionales a las energías de la radiación incidente. La misión del analizador multicanal junto con los convertidores analógicos digitales es generar la distribución de la energía mediante el denominado espectro radiactivo.

En aplicaciones nucleares se utilizan principalmente dos tipos de conversores analógico-digital:

1. Los convertidores analógicos digital Wilkinson y,
2. Los convertidores de aproximaciones sucesivas (SAR).

##### **2.1.2.3.4.1 Convertidores analógico digital Wilkinson**

El convertidor analógico digital Wilkinson se encarga de digitalizar los pulsos al cargar un condensador hasta la amplitud de la señal de entrada. El condensador entonces se descarga a velocidad constante hasta que la rampa de voltaje retoma el nivel de referencia. El tiempo de descarga del condensador, determinado por un reloj controlado por cristal, y un registrador, es directamente proporcional a la amplitud de la señal de entrada. El número registrado, representa la altura de pulso de la señal de entrada. Este proceso se indica esquemáticamente en la Figura 36.

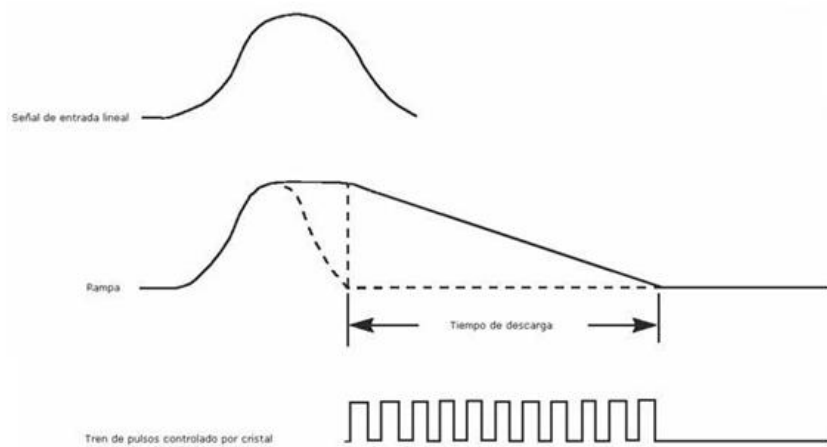


Figura 36. Señal de entrada y salida del conversor ADC.

#### **2.1.2.3.4.2 Convertidores de aproximaciones sucesivas (SAR)**

Los conversores de aproximaciones sucesivas realizan una búsqueda dicotómica del valor de entrada. La técnica de aproximaciones sucesivas compara la entrada analógica con un voltaje de referencia variable (voltaje de comparación).

Este voltaje se genera en un convertidor digital analógico que está alimentado por una tensión de referencia y un registrador de aproximaciones sucesivas, conocido por SAR.

El voltaje de comparación generado es proporcional al valor numérico de la palabra contenida en cada instante en el SAR.

En el proceso de medida, el contenido de la palabra que está en el registro SAR, se modifica con cada cambio de la señal del reloj.

Antes de iniciar la medida, todos los bits del registro SAR están a 0. Se comienza la medida, activando el bit de más peso. Con cada cambio de la señal del reloj, se van activando, es decir, poniendo a uno, sucesiva y ordenadamente, los bit de menos peso. En cada cambio de la señal de reloj, se contrasta el voltaje de comparación, con la tensión de entrada, y en función del resultado se mantiene el valor del bit que se está comprobando, o se pone a 0.



Si como resultado de la comparación, se comprueba que la tensión de entrada es mayor que la tensión de comparación, se mantiene activado el bit. En caso contrario, se pone el bit a 0.

Este proceso se repite hasta que se hayan comprobado todos los bits.

Cuando se completa el proceso, la palabra digital contenida en el SAR, representa el valor de la tensión de entrada medida.

La Figura 37 ilustra el principio de las aproximaciones sucesivas, y la Figura 38 muestra el proceso de conversión analógico digital.

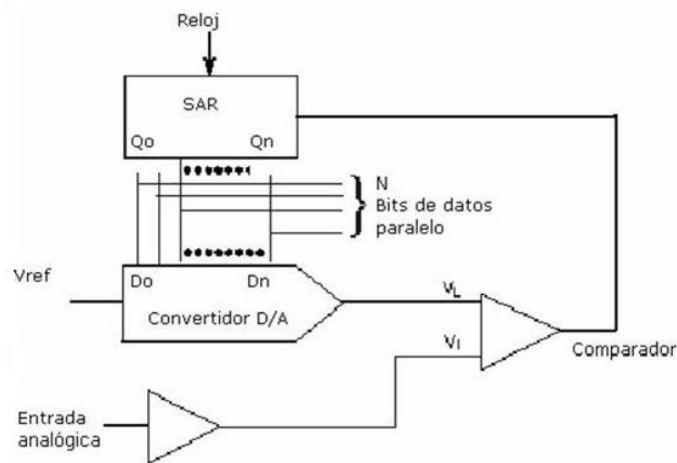


Figura 37. Conversor de aproximaciones sucesivas (SAR).

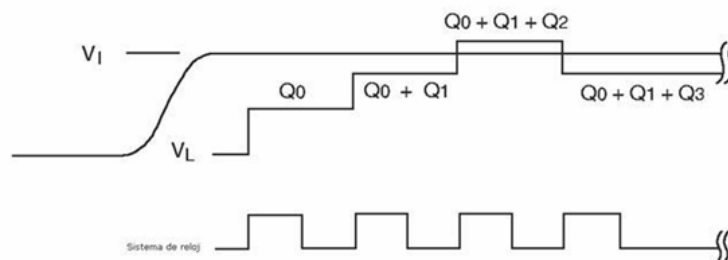


Figura 38. Proceso de conversión por aproximaciones sucesivas.



### 2.1.2.3.5 Analizador multicanal (MCA)

Algunas veces resulta de interés conocer la distribución de la altura de los pulsos, lo cual puede hacerse con un analizador multicanal (MCA) que separa los pulsos de acuerdo con su altura en 1024 grupos o canales. La Figura 39 es un espectro típico de un detector de centelleo obtenido con un analizador multicanal, y corresponde a una fuente de radiación gamma  $^{99}\text{Tc}$  que emite principalmente a 140 KeV.

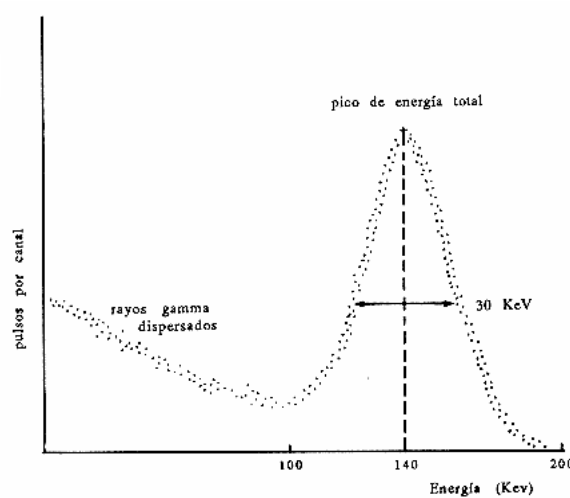


Figura 39. Espectro típico de un detector de centelleo.

## 2.1.3 Factores que afectan al análisis de activación neutrónica

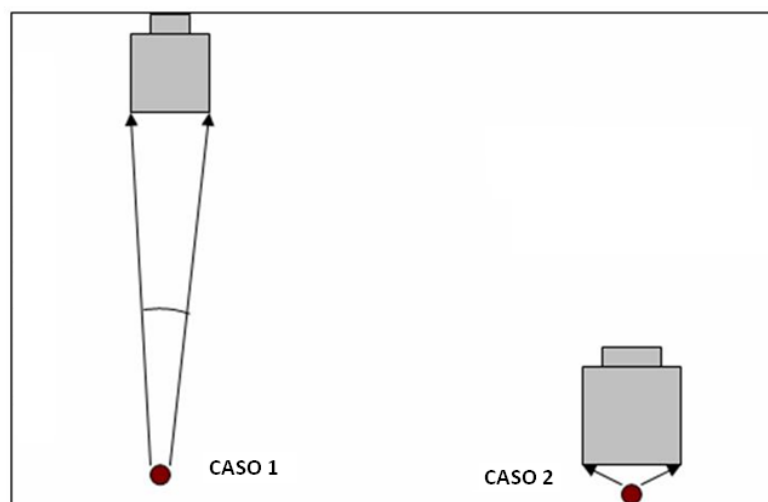
Un proceso de activación neutrónica comienza con la emisión de neutrones por parte de la fuente de neutrones. La fuente de neutrones emite neutrones de forma isótropa en todas las direcciones del espacio. De entre todos los neutrones emitidos por la fuente solo un porcentaje llegará a la muestra. Obviamente si se producen 5 veces más neutrones a igualdad de los demás parámetros llegarán a la muestra 5 veces más neutrones, o si se incrementa el peso de la muestra mayor será el número de átomos contenida en ella.





Precisamente, los neutrones que llegan a la muestra son los que resultan más importantes en el proceso, ya que serán estos los que incidan con los átomos de la muestra generando reacciones radiactivas.

Una forma de conseguir que lleguen a la muestra un mayor número de neutrones es aumentando el ángulo sólido formado, considerando como vértice la fuente puntual y como sección la correspondiente a la proyección del contorno de la muestra desde el centro de la fuente, ejemplo en el caso 2 de la Figura 40.



**Figura 40. Influencia del ángulo sólido. Caso 1: ángulo sólido inferior a  $2\cdot\pi$ . Caso 2: ángulo sólido próximo a  $2\cdot\pi$ .**

Las reacciones que tienen lugar como resultado de la interacción entre un neutrón y un átomo darán lugar, entre otras, a emisiones de radiación gamma. Y de todos los rayos gamma producidos, una fracción es eficaz y llegará al detector de radiación y otra fracción no llegará, perdiéndose. La fracción efectiva que llega al detector depende de parámetros geométricos, fundamentalmente tamaño y geometría del detector. Suponiendo la misma geometría entre dos detectores, un detector de 3"x3" será capaz de registrar mayor número de rayos gamma que uno de 2"x2".



Resumiendo, un proceso de activación neutrónica, se puede descomponer en una cadena de transformaciones que están influidas por el de rendimiento, tal como se observa en la Figura 41.

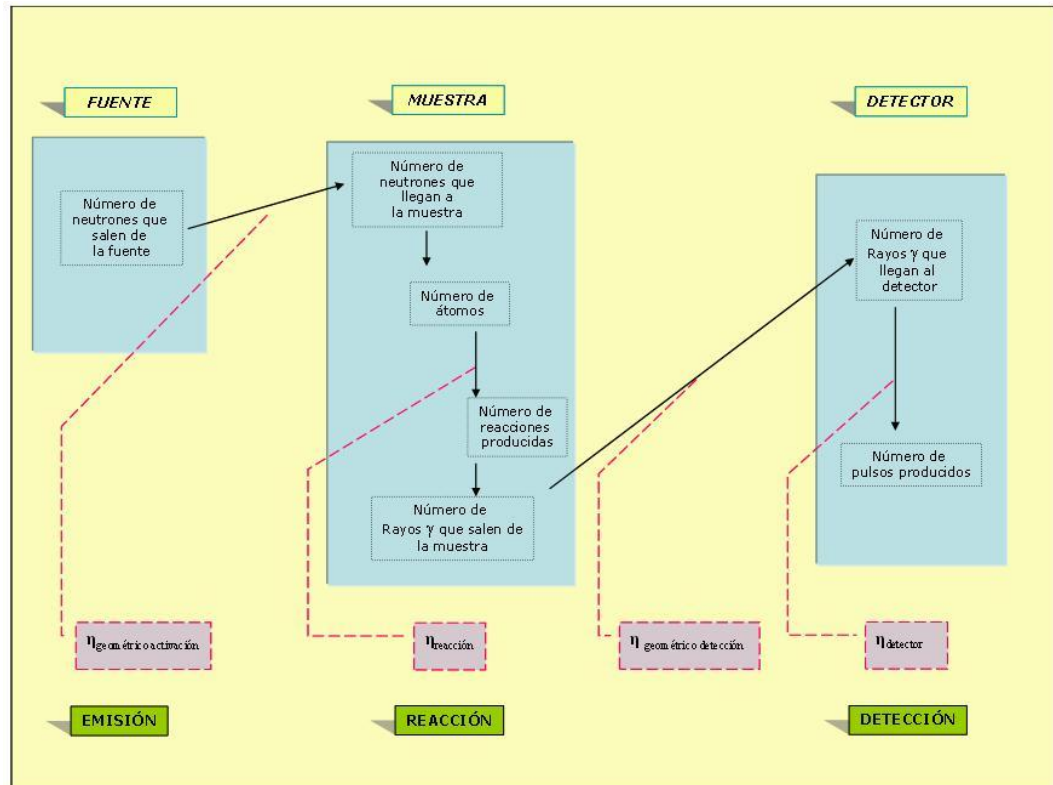


Figura 41. Procesos que tienen lugar en la realización práctica de la activación neutrónica (fuente [Rey-Ronco M.A., 2007](#)).

## 2.1.4 Ventajas del análisis por activación

Las diferencias fundamentales del método de activación neutrónica respecto a los métodos químicos convencionales son:

- Es una técnica no destructiva, la muestra no necesita ser disuelta, disminuyéndose notablemente.
- No requiere de una previa preparación de la muestra.
- Al no emplear sustancias químicas, no existe la posibilidad de contaminar



la muestra.

- No genera residuos químicos
- Es una técnica nuclear, por lo que es independiente del estado físico o químico de la muestra.
- Necesita poca cantidad de muestra, con algunos mg se puede determinar un gran número de elementos.
- El análisis de activación dura unos pocos minutos.
- Permite el análisis multielemental.



## 3 ANTECEDENTES

### 3.1 Método de activación neutrónica

El método de análisis de activación neutrónica (NAA “Neutron Activation Analysis”) ha tenido una fascinante evolución desde su descubrimiento en 1936 por George de Hevesy y Hilde Levi ([Hevesy et al., 1936](#)). Ellos descubrieron que muchas tierras raras son altamente radiactivas (inestables) tras ser bombardeadas con neutrones, y que la radiación emitida de los diferentes elementos que constituyen dichas tierras, decrece acorde a diferentes constantes de tiempo, deduciendo que una exposición cuidadosamente contralada a una determinada dosis de neutrones, se puede emplear para determinar la composición elemental en una muestra.

En sus comienzos el método de NAA resulta atractivo a físicos y químicos probablemente debido a la novedad del método, puesto que la partícula elemental- el neutrón- había sido descubierto pocos años antes. El uso de esta técnica supone para ellos, dejar a un lado las reacciones químicas, emisiones y absorciones atómicas a las que están acostumbrados, e indagar en las propiedades nucleares de los elementos, la radioactividad inducida, el decaimiento radioactivo y las emisiones nucleares.

Por otra parte, esta técnica difiere de otros métodos de análisis elemental en que el tiempo de análisis es reducido, debido al hecho de que cada producto radioactivo (radionucleído) producido como consecuencia de la previa irradiación con neutrones decae según un proceso definido por sus propias características, entre ellas la denominada vida media.

Con el fin de convertirse en un método de análisis útil, el método de activación neutrónica evoluciona paulatinamente desde 1936 hasta nuestros días. El



propósito de este capítulo es mostrar la evolución sufrida en la instrumentación, así como las principales aplicaciones del método.

**Tabla 3. Evolución en el método de activación neutrónica (NAA).**

Periodo	Avance
1936-1944	Inicios de la activación neutrónica
1944-1950	El reactor nuclear
1950-1960	El detector de NaI (TI)
1960-1970	El detector de germanio
1970-1990	Extensión en las aplicaciones
1990-2010	El método de activación neutrónica en la actualidad

### **1936-1944**

En este primer periodo, clasificado como “indicios de la activación neutrónica” se descubre la técnica de análisis por activación neutrónica en Dinamarca ([Hevesy et al., 1936](#)). Durante esta etapa los avances son lentos debido a la disponibilidad de los componentes necesarios:

- fuentes de neutrones de bajo flujo de neutrones – mayoritariamente fuentes isotópicas -,
- detectores de radiación beta de poca resolución, así como
- unos componentes electrónicos asociados primitivos.

Como consecuencia del bajo flujo de neutrones termales de las fuentes disponibles (aproximadamente de  $5 \cdot 10^5 \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ), la proporción de neutrones que interaccionan con la materia es baja, dando lugar a pocos productos radiactivos.

Además, hay que tener en cuenta, que en este periodo solo existen equipos de espectrometría de rayos beta con mala resolución como es el detector Geiger Müller o los contadores de gas. Si a esto se le añade el inconveniente de las interferencias producidas en el espectro de rayos beta, como resultado de:

- que un mismo radionucleído puede ser producido a partir de diferentes isótopos o,



- que otros isótopos radiactivos emiten radiación en el mismo rango de energías que el elemento de interés.

Al final se obtiene un espectro de rayos beta en el que es difícil discernir entre el radionucleído de interés procedente de la reacción de partida, de las del resto.

En este periodo, para evitar los problemas debidos a las interferencias, se realiza una separación radioquímica. Esta técnica conocida como análisis de activación neutrónica radioquímica (RNAA “Radiochemical Neutron Activation Analysis”) ([Allen et al., 1941](#); [Flagg et al., 1941](#)), consiste en emplear métodos convencionales químicos tras la irradiación de la muestra, como por ejemplo, el intercambio iónico o la extracción por solventes para separar el elemento de interés de la matriz. Y una vez separado dicho elemento cuantificarlo con un detector a través de la espectrometría de rayos beta.

En cuanto al inconveniente derivado del bajo flujo de neutrones debido al empleo de fuentes isotópicas, este problema no es resuelto hasta unos años más tarde, con la aparición de los reactores nucleares.

### **1944-1950**

En 1944 comienza la primera investigación mundial con el reactor de producción de radioisótopos X-10 instalado en el Oak Ridge National Laboratory. En estos momentos, el flujo de neutrones termales pasa de los  $5.10^5 \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$  a incrementarse aproximadamente en un millón, aumentando la probabilidad de ocurrencia de radionucleídos. Esto implica la posibilidad de detectar elementos con muestras de pequeño tamaño (en el orden de microgramos, nanogramos o picogramos).

Este acontecimiento supone un importante avance en el campo del NAA, y promueve que otros reactores de investigación estén operativos en otras partes del mundo.

Sin embargo, persiste la limitación que supone emplear los detectores de radiación beta, es decir, la necesidad de realizar una separación radioquímica. Este



inconveniente no será solventado hasta años después con la aparición de los detectores de radiación gamma, mientras tanto, la separación radioquímica llega a ser ampliamente reconocido como medio de análisis cuantitativo elemental junto con la activación neutrónica.

### **1950-1960**

El siguiente mayor avance en el campo de la activación neutrónica tiene lugar en 1950 con la aparición de los detectores de centelleo, que permiten la detección de la radiación gamma. La rapidez de propagación de este tipo de detectores en el mercado es increíble, esto es debido a que ofrecen mayores eficiencias que los detectores disponibles hasta ese momento.

Sin embargo, la eficiencia de estos detectores está muy lejos de ser del 100%. Para solventar este problema, se desarrollan los analizadores de pulsos, que clasifican las señales de entrada emitiendo un número proporcional a su altura. Estas señales se acumulan en los diferentes canales según la altura registrada y al final proporcionan el espectro, de modo que un radionucleído se identifica según los valores de energías de los picos determinados. En principio, se comercializan únicamente los analizadores monocanal y posteriormente llega al mercado los multicanales (12 canales).

Los investigadores empiezan a usar la activación en el análisis de una gran variedad de elementos trazas, denominando a esta técnica como análisis instrumental (INAA “Instrumental Neutron Activation Analysis”) ([Guinn et al., 1960](#)). El único inconveniente es la resolución de los detectores de NaI (TI), debido al solapamiento entre fotopicos en valores cercanos a 50 KeV y 1000 KeV, por ello, se crean programas de ajustes para resolver esta dificultad.

Estos programas aunque son de gran ayuda, todavía requieren de detectores de similar eficiencia, pero mejor energía de resolución.



### **1960-1970**

En este periodo se resuelve el problema de la resolución de los detectores, con la aparición del detector de Ge(Li).

Los nuevos detectores proporcionan incrementos en la resolución de 20 a 30 veces las de un detector típico de centelleo. El resultado es menor superposición entre fotopicos. Sin embargo, debido al pequeño tamaño de fabricación (volumen de  $347\text{cm}^3$  equiparables en tamaño a un detector de NaI(Tl) de 3"x 3"), el número de cuentas contadas es inferior al detector de NaI(Tl).

A medida que transcurre el tiempo se empieza a fabricar detectores de mayor tamaño, y simultáneamente, se dispone de analizadores multicanal de 4096 canales PHA.

Gracias a los avances tecnológicos y experimentales de los últimos años, la técnica de activación neutrónica se consolida como método de análisis elemental en varios campos de la ciencia ([Morris D.F.C., 1962](#); [Lunkens H.R., 1967](#); [Zoller et al., 1970](#)).

### **1970-1990**

En este periodo denominado “extensión del método de activación neutrónica a otros campos y aplicaciones”, se producen nuevos avances tecnológicos, pero en menor medida que lo había hecho en los 25 años anteriores. Una de las mejoras introducidas es en la eficiencia de los detectores con la aparición de los semiconductores BGO. Por otra parte, el campo de aplicación de la técnica continúa incrementando.

A continuación se muestra un breve resumen de la evolución del método de activación en diferentes campos de aplicación:

- En medicina debido a la necesidad de técnicas de medidas no invasivas para detectar en el cuerpo humano determinados elementos cuya dosis puede afectar a su salud, se desarrolla la técnica análisis in-vivo de activación neutrónica (IVNAA “In-Vivo Neutron Activation Analysis”). Esta técnica





consiste en introducir al individuo en una cámara donde se induce radiación. El resultado es que un elemento estable activado, como por ejemplo el  $^{48}\text{Ca}$ , se vuelve inestable  $^{49}\text{Ca}$  emitiendo en este proceso rayos gamma, cuya energía de emisión es conocida y posible de detectar.

El análisis de activación neutrónica se convierte en este periodo ([Staton H. C. 1981](#); [Chettle et al., 1984](#), [Ettinger 1988](#); [Parry 1981](#)) en un método bien establecido de análisis isotópico y elemental de materiales orgánicos y de análisis in vitro de muestras biológicas. Para tales aplicaciones, donde la dosis de irradiación no es elevada, el método puede ser muy sensitivo para elementos y como el calcio, sodio, cloro, fósforo, nitrógeno, hidrógeno y carbono en el cuerpo humano.

- En agricultura y botánica para determinar la presencia de diferentes elementos en las plantas, puesto que la presencia de los mismos proporcionan información acerca del ecosistema en el que se desarrollan.

La presencia de elementos contaminantes como As, Br, Cr, Hg, Sb y Zn, se emplea como bioindicadores para determinar el grado de contaminación y la edad de las plantas ([Capannesi et al., 1988](#)).

También se emplea la técnica de activación neutrónica para estudiar los mecanismos de algunas plantas para invadir nuevos hábitats y su relación con la presencia de nutrientes tales como el C, N y P ([Bajo et al, 1988](#); [Bajo et al., 1988](#)).

- En geología como consecuencia de que muchos procesos de mineralización están fuertemente controlados por la presencia de fluidos ricos en flúor, por ejemplo, el Mo, Sn, W, Zr y Nb.

A pesar de que se conocen varios métodos para la determinación del flúor: ya sea a partir de sus propiedades nucleares ([Brewers et al.1969](#); [Clark et al., 1975](#); [Chaudhri et al., 1977](#); [Weber et al., 1970](#); [Vandecasteele et al., 1977](#)); o bien de los diferentes métodos analíticos clásicos como: la colorimetría



([Fuge R., 1976](#)), electrodo ion selectivo de fluoruros ([Nicholson K., 1983](#)), espectrometría de masas ([Ure et al., 1978](#)), fluorescencia de rayos X ([Leoni et al., 1982](#)). Estos no son apropiados puesto que son lentos y poco sensitivos.

Por todo ello, surge la necesidad de un método para la determinación del flúor que permite de forma rápida y sencilla la preparación de la muestra y la obtención de los datos analíticos. El método no-destructivo descrito por Croudace ([Croudace et al., 1988](#)) admite a través de la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$  determinar el contenido de flúor mediante el contaje de rayos gamma decaídos del  $^{16}\text{N}$  (7,13s) con alta precisión, sensibilidad, de forma automática y en poco tiempo.

Años más tarde se verifica la validez del método mediante una demostración empírica ([Croudace I., 1993](#)), empleando un total de 29 muestras geológicas repitiendo cada ensayo un total de 5 veces. Los datos medidos son comparados con los datos reportados años previos ([Govindaraju K., 1989](#); [Ando et al., 1990](#)).

- En nutrición se realiza el análisis de activación para la determinación, entre otros muchos compuestos, del yodo. El yodo es un elemento esencial puesto que el cuerpo humano no lo produce, y la carencia del mismo puede suponer diferentes enfermedades como tiroides, hipotiroidismo. Del mismo modo, el abuso o carencia de determinados elementos pueden tener consecuencias en los seres vivos. Por ello, la influencia de elementos como H, B, C, N, Na, S, Cl, K, Cl, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mn, Mo, Na, Se, Zn, As, Ba, Br, Cd, Hg y Sb presenten en alimentos han sido analizados por técnicas de activación ([Versieck et al., 1978](#); [Anderson et al., 1990](#)).
- En metalurgia con frecuencia se emplea para controlar las impurezas en materiales como el aluminio, acero y aleaciones ([Al-Jabori. 1988](#); [Chiba 1981](#), [Kishi 1987](#), [Elayi et al., 1985](#))
- En ciencias de la tierra, la abundancia de metales nobles como el Au, Ru, Os, Ir, y Pt en algunos meteoritos proporcionan información sobre los mecanismos



de evolución de los meteoritos y la luna. Asimismo, permiten calcular las tasas de acreción del material cósmico en la tierra y la luna.

Para determinar estos elementos en diferentes materiales geológicos se emplea instrumentación de activación neutrónica, evitando los largos tiempos de análisis radioquímicos y la destrucción de las muestras empleadas ([Ehmann et al., 1970](#); [Ehmann et al., 1972](#); [Nadkarni et al., 1974](#); [Hoffman et al., 1978](#), [Khurd A., 1986](#); [Cocherie et al., 1987](#); [Kolesov G.M., 1994](#); [Skidmore et al., 2009](#)).

- En la industria de los semiconductores se emplea como medio para controlar la calidad de los productos ([Böttger et al., 1987](#); [Fabry et al., 1994](#); [Huber et al., 1993](#)). La principal aplicación es determinar la pureza de la sílice durante los procesos productivos, ya que con el paso del tiempo se requiere determinar concentraciones muy bajas que por otros medios no es posible ([Magee V., 2010](#)).
- En arqueología se emplea la técnica de activación para caracterizar especímenes arqueológicos, por ejemplo, en cerámicos ([Alfassi Z.B., 1990](#); [Alfassi Z.B., 1994](#)). En principio, las concentraciones de elementos en un espécimen previamente activado pueden ser calculadas a partir del conocimiento exacto del flujo de neutrones, su duración, intensidad y distribución espectral (energía de rayos gamma emitida). Sin embargo, en la práctica se compara un estándar con la composición del cerámico desconocido permitiendo caracterizar los materiales y determinando su procedencia. Durante las últimas décadas se han elaborado bases de datos con los resultados obtenidos permitiendo a los arqueólogos reconstruir las costumbres prehistóricas.

El potencial de la técnica de activación como herramienta arqueológica fue reconocido en 1954 por Robert Oppenheimer, como vía para establecer la procedencia arqueológica en el Brookhaven National Laboratory (BNL) ([Harbottle G., 1976](#)). El trabajo experimental fue llevado a cabo por Sayre



*(Sayre et al., 1957).*

Con el tiempo, un grupo de investigadores de Oxford empieza a experimentar con cerámicos y monedas (*Emeleus V.M., 1958, Emeleus et al., 1960*), pero la resolución de los sistemas de detección no eran adecuados (*Bennyhoff et al., 1965*). Con la aparición del detector de Ge(Li) en 1960 estos problemas quedan atrás y rápidamente se extienden las técnicas de activación al campo de la arqueología (*Sayre E.V., 1965*). A partir de este momento se empieza a realizar múltiples análisis (*Kuleff et al., 1990, Bishop et al., 1990; Neff et al., 1995*) hasta nuestros días (*Bishop et al., 2002; Blackman et al., 2007; Coleman et al., 2010*).

En algunos de estos trabajos se requiere de un flujo de neutrones inferior al aportado por un reactor de neutrones, para ello se emplean fuentes isotópicas. La ventaja que tienen es la gran variedad de tamaños disponibles, su facilidad de operación y bajo precio.

### **1990- 2010**

La precisión y sensibilidad de la técnica sirve durante años para determinar numerosos elementos en diferentes campos de aplicación (*Krysztof et al., 2010; Gräfe et al., 2010; Aidid S.B., 2007; Robinson et al., 2009; Miao S., 2004; Popescu et al., 1996; Zhao et al., 2005; Zhao L., 2007; Esprit et al., 1984; Randle K., 1985; Anazawa et al., 2001; El-Thaher A., 2010; Dului et al., 2010; Raghunadha et al., 1993; Rao et al., 1995; Rey Ronco M.A., 2007; Anderson et al., 1993; Hou X., 1995; Hou et al., 1997; Schelenz et al., 1977, Parengam M., 2010; Shafaei M.A., 2010*). Los detectores de Ge(Li) de eficiencia del 17% dejan paso a los de eficiencias mayores 96%. Esto se debe no solo al incremento del cristal, sino también a los diámetros (*Bode P., 1993*) El resultado final es una amplia y diversa bibliografía (*Spyrou N.M., 1981; Bujdosó E., 1990; Guinn V.P., 1992; Bérdad et al., 2010; Roelandts et al., 1985; Roelandts et al., 1986*).

Sin embargo, la sensibilidad se encuentra limitada por los siguientes factores (*Rey Ronco M.A., 2007*):



- los parámetros de irradiación (flujo de neutrones, energía de los neutrones, tiempo de irradiación...),
- las condiciones de medida (tiempo de desplazamiento de la muestra, tiempo de medida, eficiencia del detector...),
- los parámetros nucleares de los elementos a ser medidos (por ejemplo, abundancia de un determinado isótopo, sección cruzada a los neutrones, vida media, número de rayos gamma...).

Asimismo, la precisión está limitada a la espectrometría de rayos gamma, normalmente, se puede mejorar la precisión utilizando tiempos de lectura largos. El problema se plantea cuando se irradian elementos que se desean detectar a través de la detección de radio nucleídos de vida corta.

La activación neutrónica cíclica surge como respuesta a la mejora de la precisión y sensibilidad de la activación neutrónica convencional.

### 3.2 Método de activación neutrónica cíclica

El análisis de activación cíclica (CAA “Cyclic Activation Analysis”) es un método para el análisis elemental en el cual una muestra irradiada, decaída y contada, se vuelve a irradiar de nuevo, de manera que el proceso se repite un número de ciclos  $n$ , y el espectro obtenido de cada lectura se suma para dar el espectro total.

La Figura 42 muestra los parámetros que tienen lugar cuando se realiza una activación cíclica, se ha definido:

- $t_i$  tiempo de irradiación o activación
- $t_d$  tiempo de desplazamiento requerido para mover la muestra desde la posición de activación a la de lectura
- $t_c$  tiempo de contaje o lectura



- $t_w$  tiempo de desplazamiento requerido para mover la muestra desde la posición de lectura a la de activación.

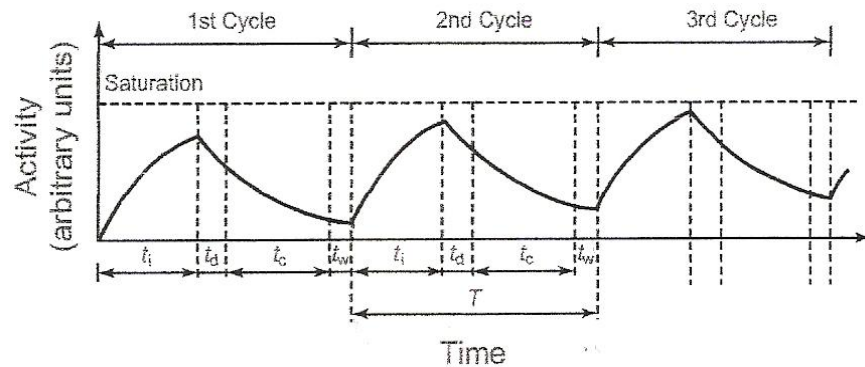


Figura 42. Variación de la actividad del isótopo radiactivo respecto al tiempo y el número de ciclos en un análisis de activación cíclica (Hou X et al., 2000).

Mediante este proceso, se incrementa significativamente el número de cuentas registradas por el detector. De modo, que la presencia de isótopos radiactivos con una vida media del orden de ms, que no pueden ser determinados mediante un análisis de activación convencional, son posibles de detectar mediante la activación cíclica (Figura 43).

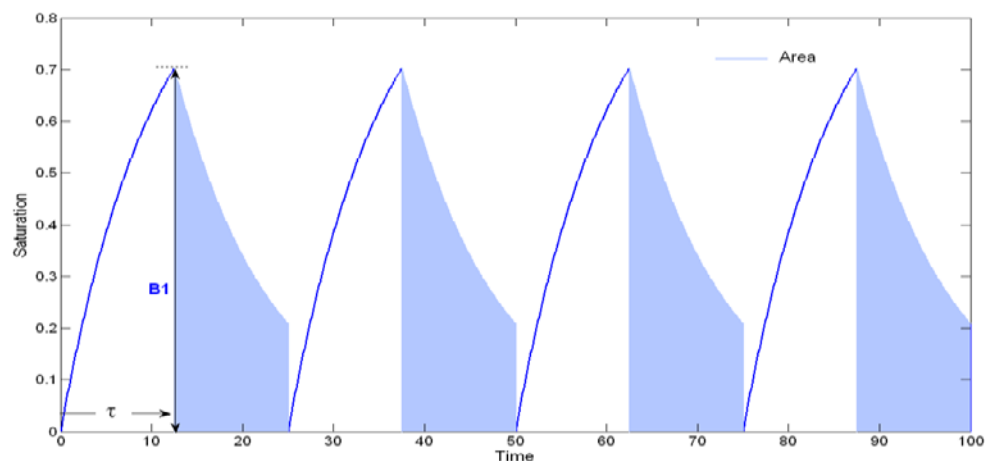


Figura 43. Representación gráfica de una activación cíclica.

La técnica de activación cíclica más usada es el método de activación neutrónica cíclica (CNAA “Cyclic Neutron Activation Analysis”), que emplea neutrones para



activar las muestras. En este capítulo, se hace alusión indistintamente a los términos activación neutrónica cíclica y activación cíclica para referirse a la activación mediante neutrones.

A continuación se muestra la evolución del método cíclico por periodos desde su nacimiento en 1960 hasta el año 2010.

**Tabla 4. Evolución en el método de activación neutrónica cíclica (CNAA)**

Periodo	Avance
1960-1970	Inicios de la activación neutrónica cíclica
1970-1980	Desarrollo de programas informáticos
1980-1990	Activación neutrónica pseudo-cíclica
1990-2010	El método de activación cíclica en la actualidad

### **1960-1970**

El origen de la activación cíclica es confuso, puesto que el primer experimento de activación cíclica entendiéndose como tal, al proceso de irradiar y registrar la radiación emitida por una muestra un determinado número de ciclos, según varios autores es llevado a cabo por Anders ([Anders O., 1960](#); [Anders O., 1961](#)), aunque este término no es mencionado en ninguno de sus trabajos.

En el primero de sus experimentos, la muestra es introducida en un portamuestras cilíndrico y aerodinámico diseñado con polietileno (diámetro de 2 in). Este portamuestras denominado “rabbit” es transportado por el interior de una tubería por medio de aire entre las posiciones de activación y lectura. En primer lugar, la muestra es irradiada con neutrones procedentes de un acelerador de Van de Graaff de  $2 \cdot 10^8 \text{ ncm}^2 \text{ s}^{-1}$  y la radiación inducida es leída con un detector de 3”x3” NaI(Tl). El detector está fijado y situado sobre una pared de plomo de 3 inch de espesor y 14 inch de longitud (Figura 44). Un contador de tiempo es el encargado de abrir simultáneamente las válvulas de aire 1 y 2 de modo que por la transferencia de aire, el portamuestras se sitúa en la posición de activación. Automáticamente, las



válvulas de aire se desactivan y la muestra se irradiada. Cuando las válvulas 3 y 4 se abren, el aire obliga al portamuestras a situarse en la posición del detector.

Este proceso es repetido una vez por minuto hasta que se acumulan suficientes cuentas en el detector.

En el segundo experimento, se realizaron mejoras con el mismo equipo descrito anteriormente (Figura 44). De modo que en esta ocasión el sistema permite seleccionar el tiempo de cada ciclo así como el número de ciclos (un máximo de 9). Mediante un temporizador se programan 8 ciclos de 2 minutos cada uno.

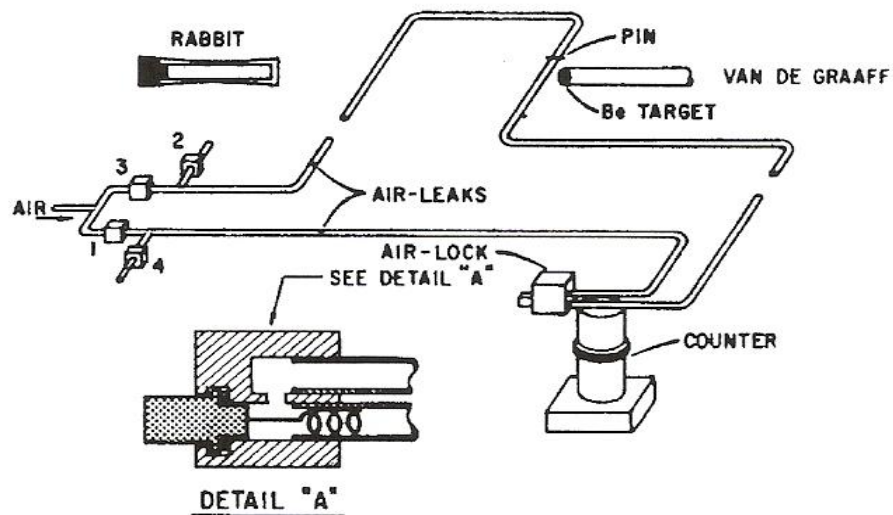


Figura 44. Sistema de activación neutrónica cíclica propuesta por Anders U.O ([Anders O., 1960](#)).

Caldwell et al. ([Caldwell et al., 1966](#)) en 1966 sugiere el uso de una práctica similar como parte de un experimento que combina cuatro técnicas de activación neutrónica a control remoto como medio de análisis elemental en la superficie lunar y planetaria. Este método permite determinar la densidad de las rocas así como la composición química de las mismas.

En este periodo Givens et al., ([Givens et al., 1966](#)) describen los principios de la activación cíclica. Aunque el término análisis de activación cíclica (CAA) no lo utilizan hasta unos años más tarde, cuando emplean una metodología muy similar a la de Anders ([Givens et al., 1969](#); [Givens et al., 1970](#)). En estos años, aparte de





determinar el  $^{16}\text{N}$  (7,14s) y el  $^{24\text{m}}\text{Na}$  (~20ms) definen tres principales diferencias entre su sistema y el mecanismo de transferencia para mover la muestra propuesta por Anders:

- mientras que el sistema ideado por Anders la muestra se desliza entre la posición de irradiación y lectura, Givens fija la posición de la muestra,
- el movimiento cíclico se realiza mediante un sistema de control electrónico en lugar de mecánico y por tanto, siendo más eficiente.
- se puede emplear la técnica para detectar radioisótopos con vidas medias que decaen en pocos milisegundos.

Si por algo destaca este periodo, es por el desarrollo y uso de sistemas electrónicos para mover la muestra entre las posiciones de activación y lectura, lo que facilita la detección de isótopos radiactivos de vida media del orden de milisegundos, como por ejemplo el  $^{24\text{m}}\text{Na}$ (20ms), que hasta entonces no podía ser determinado. Tani et al. ([Tani et al., 1969](#)) emplean un experimento similar para la obtención del espectro de rayos gamma del  $^{205}\text{Pb}$ (4ms) y  $^{207\text{m}}\text{Pb}$ (800ms).

En estos momentos, a pesar de la existencia de sistemas eficaces para el desplazamiento de las muestras entre dos posiciones. La sensibilidad de la activación cíclica no es la adecuada para determinar elementos trazas con muestras de pequeño tamaño, puesto que para ello se requiere del uso de reactores nucleares.

El uso de reactores nucleares en esta aplicación está fuertemente condicionado a su estructura, puesto que el flujo de neutrones procede del núcleo del reactor, lo que supone encontrar una solución al transporte de la muestra entre esta posición y la de lectura.

### **1970-1980**

Spyrou y Ozek ([Ozek F., 1973](#); [Spyrou et al., 1974](#)) son los primeros en probar un sistema para determinar elementos traza en muestras medioambientales con el



reactor Consort II. En la Figura 45 se muestra el sistema central de irradiación que emplearon y que denominaron ICIS (in-core irradiation system). El sistema permite la irradiación en el reactor con un flujo de neutrones rápidos de  $1 \cdot 10^{12} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  y termales de  $2 \cdot 10^{12} \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ .

El diagrama muestra la posición de tres puntos en los cuales las muestras pueden detenerse para que los diferentes detectores detecten las cuentas por segundo emitidas tras la irradiación.

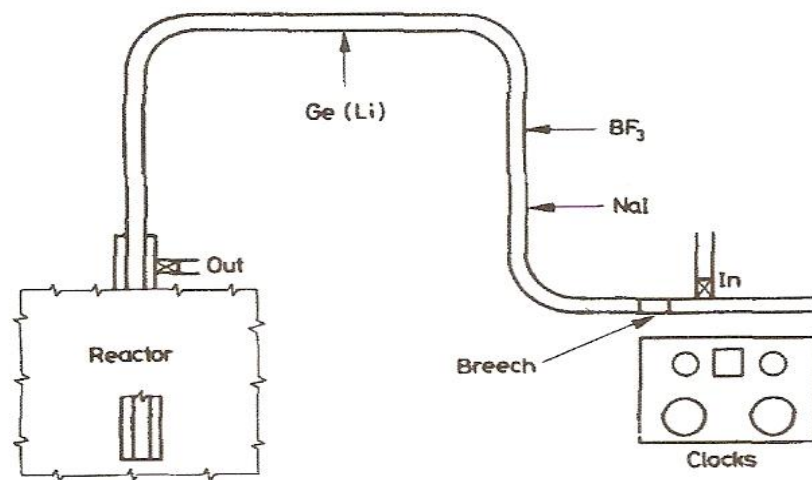


Figura 45. Diagrama del sistema central de irradiación (ICIS) (fuente: [Spyrou N.M., 1981](#)).

Este sistema se empleó concretamente para determinar el  $^{207\text{m}}\text{Pb}$  en plantas. Se comprobó que el tiempo requerido para mover la muestra entre las diferentes posiciones era demasiado largo, si se comparaba con la vida media del plomo (800ms).

Por lo general, los sistemas diseñados para realizar análisis de activación cíclica se llevan a cabo mediante fuentes isotópicas y generadores de neutrones, ya que son más fáciles de transportar y manipular. Por ejemplo, Maki et al., ([Maki et al., 1974](#)) ingenian dos sistemas para realizar la activación cíclica de muestras fluoradas y en ambos sistemas utilizan una fuente de Americio-Berilio con un flujo de neutrones de  $1,1 \cdot 10^7 \text{ n/s}$  y un detector de NaI(Tl) de  $2'' \times 2''$ .



El primer sistema ideado por estos investigadores se ilustra en la Figura 46. Puede observarse como el detector se encuentra alojado entre dos paredes de plomo para evitar la radiación gamma directa emitida por la fuente. Para desplazar la muestra entre las posiciones de irradiación y lectura se emplea una tubería de polietileno de 2m de longitud y 45 mm de diámetro, de modo, que uno de sus extremos es la posición de irradiación, donde está fijada la fuente de neutrones, y el otro extremo es la posición de lectura. Esta posición dispone de un tope que impide que el portamuestras se escape.

Asimismo, la muestra se encuentra alojada en un portamuestras de polietileno esférico (35mm de diámetro y su peso de 10g) que permite su movimiento en el interior de la tubería mencionada anteriormente. Las posiciones de activación y lectura se logran subiendo o bajando la tubería de polietileno.

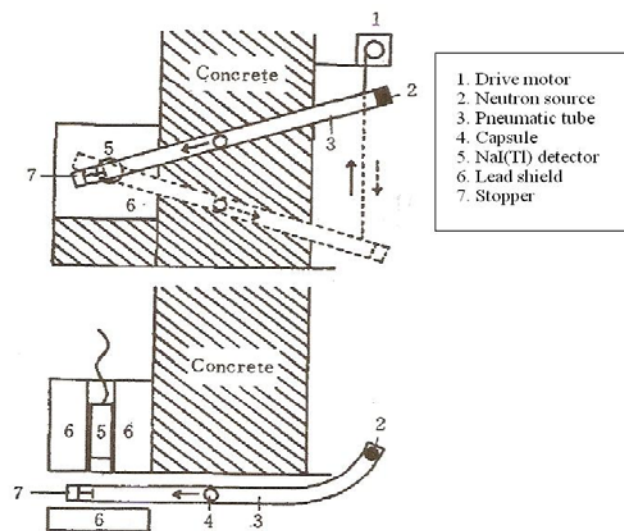


Figura 46. Sistema de medida para la activación cíclica de fluoruros (fuente: [Maki et al., 1974](#)).

Con este sistema, intentan determinar los parámetros que optimizan un proceso de activación cíclica que permitan obtener el mayor número de cuentas durante la lectura. Para ello, realizan pruebas con un tiempo de transporte de 2 s y tiempos de activación y lectura de 18 s, de manera que el tiempo total de análisis es de 100m.



El otro sistema empleado se muestra en la Figura 47, y se trata de un sistema neumático simple de bajo coste que emplea cápsulas cilíndricas de polietileno de 5cm de longitud y 3cm de diámetro, para alojar las muestras de 5 a 20g.

Este sistema emplea aire a presión para transportar la cápsula portamuestras, de manera que cuando las válvulas 2 y 4 se abren el aire y la cápsula son dirigidos hacia la posición de irradiación. Y cuando las válvulas 2 y 4 se cierran, entonces se abren las válvulas 1 y 3, y el flujo de aire es conducido hacia el detector, junto con la cápsula. Este detector está conectado a un analizador de pulsos.

Este sistema permite acortar los tiempos de activación y lectura, asemejándolo al tiempo de decaimiento del  $^{16}\text{N}$ , que es el elemento radiactivo que emplean para determinar el contenido de flúor en las muestras según la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$ . Con este sistema los tiempos de activación y lectura son de 8s y el tiempo de desplazamiento de 0,35s.

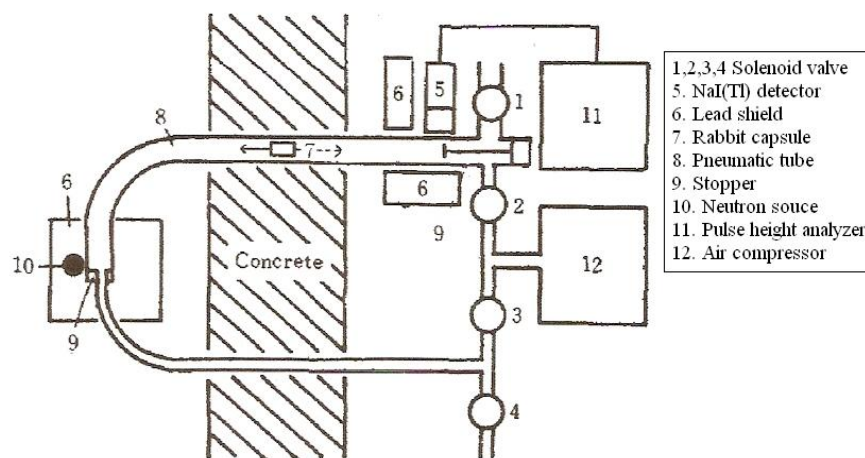


Figura 47 Sistema neumático de medida para la activación cíclica de fluoruros (fuente: [Maki et al., 1974](#)).

Del análisis de los resultados, los autores proponen que la técnica puede ser mejorada con una fuente de Cf y un detector de mayor tamaño, para incrementar el flujo de neutrones y la eficiencia, respectivamente.

Por otra parte, Maki y sus compañeros no reparan en la influencia que tiene el tiempo de desplazamiento cuando se realiza un análisis de activación cíclico. Sin



embargo, otros investigadores ([Egan et al., 1976](#); [Spyrou et al., 1979](#); [Fanger et al., 1981](#); [Spyrou N.M., 1981](#)), manifiestan en sus trabajos el vínculo existente entre el tiempo de desplazamiento y el número de cuentas registradas en el detector. Esta relación se explica mediante la Figura 48.

En parte inferior de la Figura 48 se muestra la variación de la actividad de un isótopo radiactivo respecto al tiempo y al número de ciclos, mientras que en la parte superior, se analiza el tiempo durante el cual la muestra se está desplazando entre las posiciones de activación y lectura. Sabiendo que las radiaciones acumuladas durante un periodo de tiempo determinado representan el área encerrada bajo la curva de concentración durante el decaimiento (cuentas). Basta con observar la figura para notar que cuanto mayor es el tiempo de desplazamiento, menor es esta área.

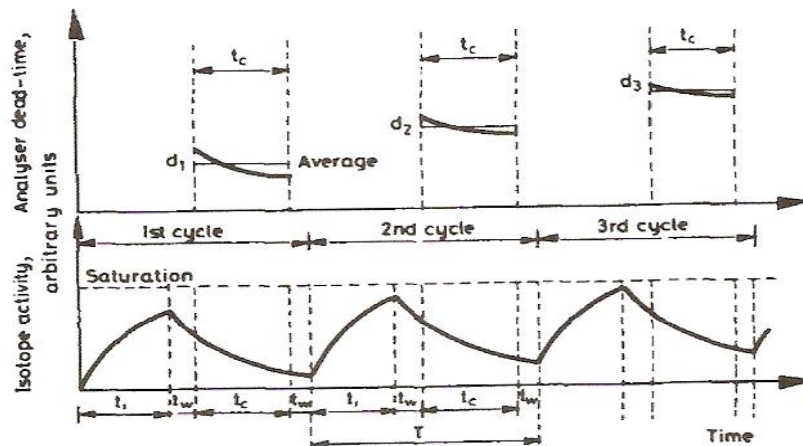


Figura 48. Análisis del tiempo de decaimiento ([Spyrou N.M., 1981](#)).

Estos autores deducen que la activación neutrónica cíclica es preferible a la convencional cuando el tiempo de desplazamiento es pequeño ([Wytttenbach A., 1971](#); [Egan et al., 1976](#); [Alfassi et al., 1980](#)).

Otros investigadores como Chattapadhayay et al., y DeSilva K.N., ([Chattapadhayay et al., 1979](#); [DeSilva K.N., 1981](#)) apuestan por una activación pseudo-cíclico refiriéndose a un sistema de desplazamiento de la muestra manual.



En los análisis reales, una muestra está formada por muchos elementos de modo que el espectro obtenido es consecuencia de la contribución de todos los elementos presentes en la matriz, siendo en ocasiones, muy complejo identificar la contribución del elemento de interés de las del resto (interferencias). Concretamente, DeSilva K.N., ([DeSilva K.N., 1981](#)) encuentra una serie de limitaciones en la aplicación de la activación cíclica al determinar el contenido de sílice en rocas silicatadas a través de la reacción  $^{14}\text{Si}(n,p)^{28}\text{Al}$ . Entre ellas, la imposibilidad de detectar el contenido de sílice debido a las interferencias producidas por un pequeño porcentaje de aluminio existente en las rocas.

### **1980-1990**

Si por algo destaca este periodo es por el desarrollo de programas diseñados para diferenciar entre las emisiones de rayos gamma producidos por radionucleídos de larga vida media y los de corta, en un mismo espectro. Además de calcular las contribuciones de cada isótopo radiactivo, estos programas informáticos optimizan los parámetros de la activación cíclica ([Tout et al., 1981](#); [Colin et al., 1985](#); [Al-Mugrabi et al., 1987](#)).

El programa diseñado por Tout et al. ([Tout et al., 1981](#)) con solo introducir el tiempo total del experimento, el tiempo de transferencia, la masa y los datos nucleares más relevantes de la matriz de la muestra, así como la vida media del elemento de interés, es capaz de calcular de forma individual el espectro producido por cada elemento y optimizar los parámetros de activación.

En adición, el programa de Al-Mugrabi et al. ([Al-Mugrabi et al., 1987](#)) además de indicar la contribución de cada isótopo radiactivo, optimiza los parámetros de activación, proporciona información sobre el efecto Compton, y sobre los picos de escape. En este caso, es necesario introducir el flujo de neutrones, la masa y los datos del nucleído de interés así como los parámetros del detector empleado en el análisis.



Sypou ([Spyrou et al., 1982](#)) extrae un interesante resultado comparando la activación neutrónica cíclica con el método que emplea una única irradiación y contaje. Deduce que cuando el tiempo de desplazamiento de la muestra entre la posición de lectura e irradiación es de 0,25 s, el tiempo de activación cíclica es preferible si el tiempo de activación es superior de 2 minutos.

A partir de 1970, son numerosas las investigaciones realizadas empleando la activación cíclica ([Chatt et al., 1981](#); [Burholt et al., 1982](#); [Alfassi 1990](#); [Ila P., 1991](#)). Destacar algunos ensayos realizados con fuentes isotópicas en activación cíclica 'in-vitro' ([Matthews et al., 1978](#); [Matthews et al., 1979](#); [Matthews I.P., 1979](#); [Matthews et al., 1980](#); [Ryde et al., 1987](#)).

### **1990-2010**

Desde que la activación cíclica es sugerida en 1960 y ampliamente desarrollada entre los años 1970 y 1980, ésta se convierte en una técnica fundamental de análisis. Durante este periodo, se crean algunas herramientas y se mejoran las existentes ([Kennedy et al., 1991](#); [Ismail et al., 1998](#); [El-Ghawi et al., 2005](#); [Zhang et al., 2009](#)), la mayor parte de los avances se producen entre 1970 y 1980. Sin embargo, la técnica empieza a aplicarse en numerosos campos usando a los isótopos de corta vida media como medio de análisis multielemental ([Nonie et al., 1993](#); [Spate et al., 1994](#); [Joshi et al., 1995](#); [Hou X et al., 1997](#); [Ismail et al., 1998](#)).

La técnica de activación cíclica resulta muy atractiva en comparación con otras prácticas analíticas que requieren de mayor tiempo y no tienen tanta precisión. Asimismo, el método cíclico comparado con el método convencional de activación ofrece las siguientes ventajas:

- mejora en los límites de detección,
- gran precisión para isótopos de corta vida media,
- análisis multielemental a partir de un único espectro,



- reducción en el tiempo de análisis,
- aumento del número de muestras analizadas por unidad de tiempo,

Sin embargo tiene algunas desventajas como:

- la existencia de interferencias producidas por elementos de la matriz,
- limitación en los elementos a analizar, ya que menos de un 50% de elementos que se pueden analizar por activación convencional pueden ser analizados mediante este método.

### **3.3 Método de activación neutrónica en continuo en la industria**

Los primeros trabajos de aplicación industrial no destructiva a partir de la medida de radiactividad gamma datan del año 1950. La industria del carbón empieza a emplear la espectrometría de rayos gamma para determinar la radiación natural emitida por el K, U y Th, cuya presencia es común en arcillas y pizarras. La aparición de estos elementos en el carbón no es habitual, sin embargo su presencia varía en función de la proporción de cenizas presentes.

La Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO) lleva a cabo las primeras investigaciones en este campo, midiendo la radiactividad natural de los carbones denominados “brown coals” en Australia. Los resultados obtenidos corroboran que la radiactividad natural emitida por un carbón se puede emplear para predecir su contenido en cenizas. Estos estudios demuestran que los analizadores requieren de diferentes calibraciones dependiendo del tipo y procedencia del carbón. Los trabajos realizados consisten en situar un detector inmediatamente debajo del alimentador que vierte el carbón a la cinta transportadora.





Estos estudios preliminares en el carbón llevan a los investigadores a plantearse la posibilidad de emplear sistemas parecidos a los empleados en la industria del carbón para determinar la radiactividad inducida en otros materiales e implantarlos en otras industrias.

La implantación en otras industrias de los análisis de radiación inducida supone emplear una fuente de neutrones y un detector de radiación, y por tanto, al menos dos posiciones del material, uno sobre la fuente y otro sobre el detector.

Estas dos posiciones deben ser calculadas teniendo en cuenta los factores que afectan a una muestra para ser detectada mediante una técnica de activación neutrónica.

En este apartado se pretende mostrar al lector como la calidad de un producto puede realizarse de forma continua, automática y en tiempo mínimo. Este hecho supone que una industria que emplea este sistema como medio de análisis puede detectar cualquier anomalía y corregirla instantáneamente.

Las principales industrias en las cuales se emplean las técnicas nucleares para el análisis on-line son numerosas abarcando desde muchos procesos minerales en la industria metalúrgica, e incluyendo industrias como la del carbón, papel, recubrimientos, petroquímica...ect.

El equipo básico requerido para realizar un análisis continuo está formado por los siguientes elementos:

1. Una cámara de activación (fuente de neutrones)
2. Una cámara de contaje (detector de radiación)
3. Elemento conector entre la fuente y el detector (tuberías o cinta transportadora)

En orden de determinar la presencia de trazas de elementos, los reactores nucleares son deseables respecto a cualquier otra fuente de menor flujo de neutrones. Sin embargo, en una activación neutrónica continua se prefiere manipular fuentes isotópicas o generadores ya que reducen los costes



constructivos, facilita la manipulación y el flujo de neutrones es siempre constante. En general, la selección de las fuentes se hace en base a los siguientes criterios: (a) alto flujo de neutrones; (b) larga vida útil; (c) bajo coste; (d) baja intensidad de radiación gamma.

En principio los detectores que ofrecen mayor resolución y eficiencia son los BGO, por lo que son idóneos para este propósito. Sin embargo, atendiendo exclusivamente a la bibliografía se emplean con mayor frecuencia los escintilométricos. El motivo puede ser la disponibilidad de los mismos en el tiempo que se publican estos trabajos.

A continuación se explica la evolución desde 1960 hasta el 2010 de la activación en continuo en diversas industrias.

**Tabla 5. Evolución en el método de activación neutrónica en la industria.**

Periodo	Avance
1960-1970	Inicios de la activación neutrónica en la industria
1970-1980	Extensión del método de activación en continuo
1980-1990	Continuidad del método de activación en continuo
1990-2010	El método de activación en continuo en la actualidad

### **1960-1970**

Los primeros intentos para resolver los problemas de la activación neutrónica continua son realizados por Anders O.U. ([Anders O.U., 1962](#)). Su estudio concierne a la activación en soluciones acuosas de flúor, plata y selenio con una fuente isotópica de Ra-Be (flujo de neutrones de  $\sim 1,3 \cdot 10^5 \text{ s}^{-1}$ ) y un detector de NaI(Tl) de 3"x3" (Figura 49). En la solución acuosa la presencia del flúor en se detecta a partir del  $^{16}\text{N}$ , la plata a través del  $^{110}\text{Ag}$  y el selenio a partir del  $^{77}\text{Se}$ . Las actividades inducidas son relativamente bajas, lo que el autor achaca al bajo flujo de neutrones.

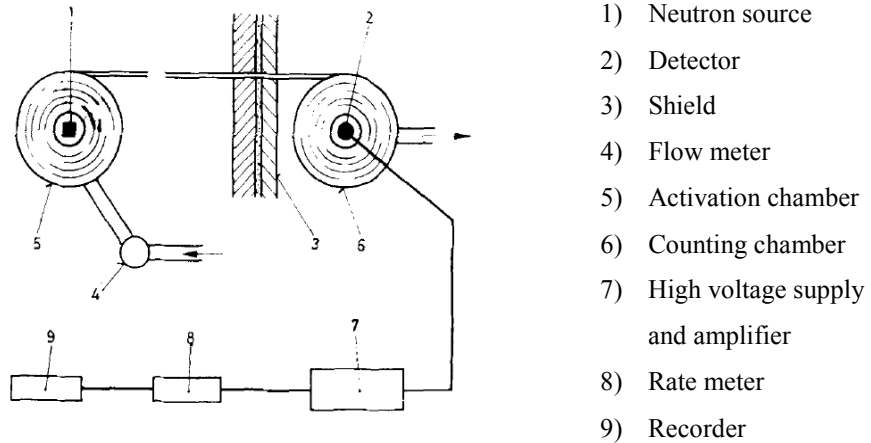


Figura 49. Sistema de activación neutrónica cíclica propuesta por Anders O.U., (fuente [Kliment et al., 1962](#)).

Prokopchik V.I., ([Prokopchik V.I., 1970](#)) propone las condiciones óptimas para el análisis de activación en continuo de la fluorita, referenciando un par de trabajos anteriores ([Anders O.U., 1962](#); [Prokopchik et al., 1966](#)). Para lograr la sensibilidad adecuada, presenta un sistema compuesto por dos cámaras separadas entre sí y una tubería de conexión muy parecido al propuesto por Anders O.U. ([Anders O.U., 1962](#)) (Figura 50).

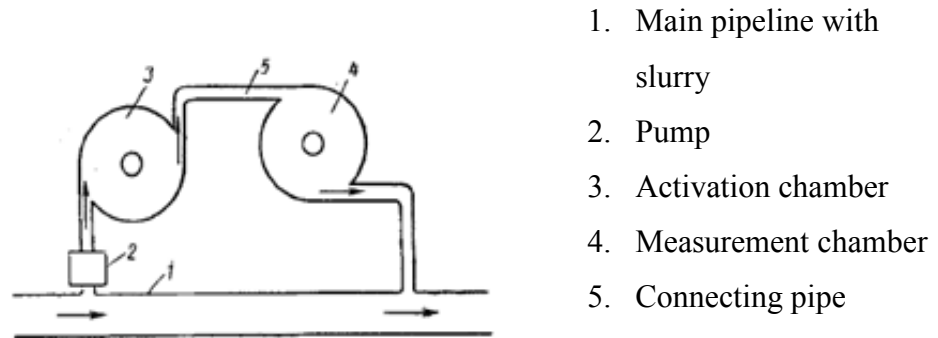


Figura 50. Esquema para el análisis en continuo propuesto por Prokopchik V.I., (fuente [Prokopchik V.I., 1970](#)).

La cámara de activación dispone de una fuente neutrones de Po-Be con un flujo de  $10^7$  n/s, mientras que la cámara de lectura de radiación contiene un detector de NaI(Tl) de 40x40mm. Entre los parámetros que calcula se encuentra el volumen



de las cámaras así como la velocidad del fluido circulante por la tubería de conexión.

Por otra parte, Gluck et al., y McFarling et al., ([Gluck et al., 1962](#) ; [McFarling et al., 1962](#)) a partir de un estudio experimental que realizan, hacen un listado de los radionucleídos que pueden ser empleados en el análisis de activación continua en procesos metalúrgicos. Este estudio demuestra que el  $^{115m}\text{Cd}$  se puede emplear para dar una lectura precisa y casi instantánea de la concentración del cadmio durante la etapa de purificación del zinc electrolítico. Además del Cd el estudio determina gran sensibilidad para elementos como el Mn, In, V y Ag así hasta un total de 60 elementos.

Los experimentos son realizados con una cámara de activación de 2700 ml, una fuente isotópica  $^{210}\text{Po-Be}$  de 5 Ci de actividad y una cámara de contaje de 750 ml. El esquema del experimento se muestra en la Figura 51.

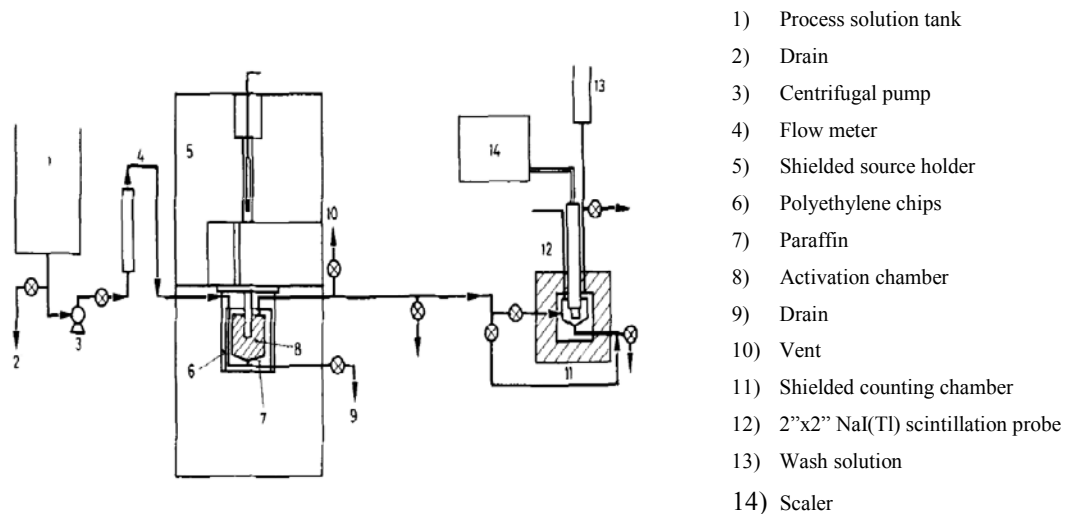


Figura 51. Diagrama del sistema de activación continua propuesto por Gluck et al., (fuente [Kliment et al., 1972](#)).

Otros estudios realizados muestran que la activación en continuo permite diferenciar calidades en un carbón en función de su contenido en C, O, Al y Si. Martins et al. ([Martins et al., 1963](#); [Martins et al., 1964](#)) examinan algunos de estos elementos presentes en el carbón y un tiempo más tarde desarrollan un



aparato para determinarlos por activación neutrónica continua en condiciones industriales.

El equipo empleado consta de dos secciones de medida: una al inicio y la otra al final de la cinta transportadora. La primera sección dispone de un generador de neutrones y un detector de NaI(Tl) de 5"×5". El generador se encuentra colocado perpendicularmente a la cinta y tiene un flujo de neutrones de  $10^9 \text{ ns}^{-1}$ . En este caso, el carbón es transportado mediante cinta transportadora (Figura 52) de modo que el generador de neutrones está situado perpendicular a la cinta. A medida que el carbón se desplaza, se determina la cantidad de oxígeno y la de carbono en el rango de energías de 6,7 MeV y 4,43 MeV respectivamente.

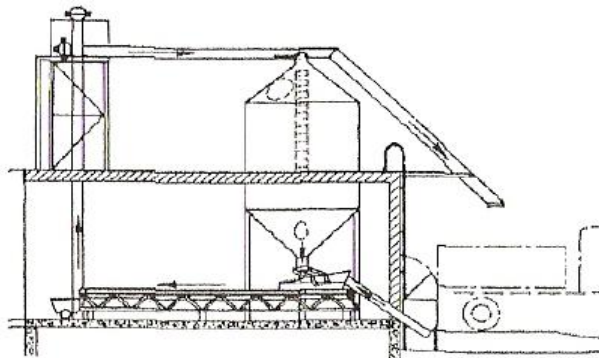


Figura 52. Equipo industrial para el análisis del carbón propuesto por Martin et. Al., (fuente [Kliment et al., 1972](#)).

Respecto a la espectrometría del magnesio, sílice y del aluminio, estos elementos son registrados en la segunda sección de la cinta con un generador (flujo de neutrones de  $3,8 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$ ) y un detector de NaI(Tl) de 5"×4" ([Martin et al., 1966](#); [Blake et al., 1966](#); [Blake et al., 1966](#); [Parker et al., 1967](#)).

Rhodes et al., ([Rhodes et al., 1968](#)) desarrollan una planta piloto para la determinación del Cu, Al y Si en minerales de cobre. Las muestras se activan con un generador mientras que el mineral se desplaza en una cinta transportadora y se



emplean dos detectores de NaI(Tl) de 4" x 5" para determinar el espectro de rayos gamma.

Uno de los detectores determina la actividad del aluminio en el rango de energías de 0,834 -1,01 MeV, y el otro la actividad de la sílice en el pico energético de 1,77 MeV. La velocidad de la banda es de 2ft/min y la distancia entre el generador y el detector varía entre 16 y 30 ft. La concentración del cobre se encuentra entre 0,02 y 2,1%.

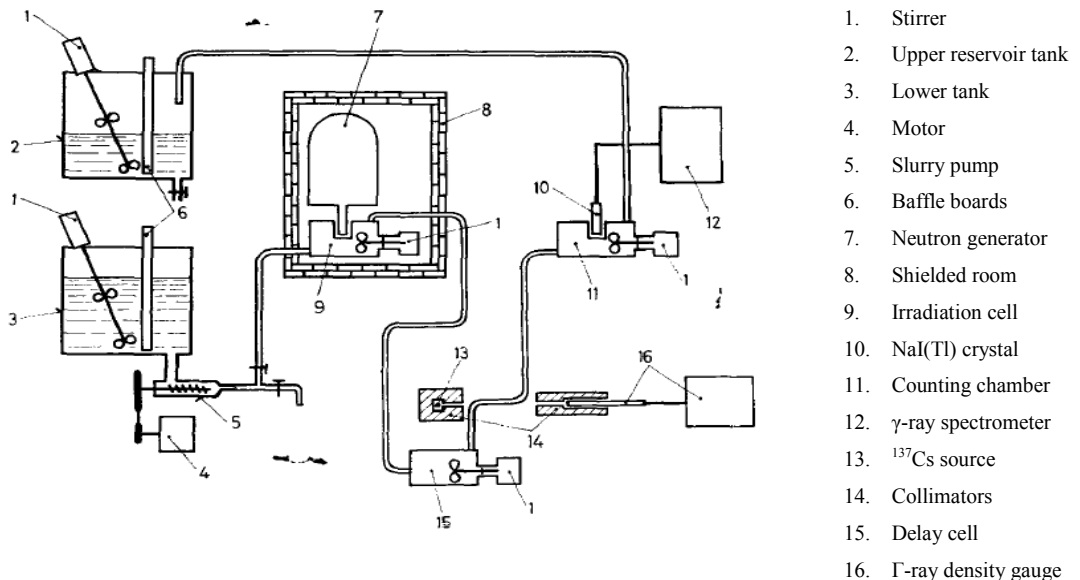


Figura 53. Esquema de la planta piloto diseñada por Rhodes et al., (fuente [Kliment et al., 1972](#)).

Posteriormente, Rhodes et al., ([Rhodes et al., 1968](#)) determinan el contenido de Si y Fe en taconita. El hierro y la sílice se determinan en base a las reacciones  $^{56}\text{Fe}(n,p)^{56}\text{Mn}$  y  $^{27}\text{Si}(n,p)^{28}\text{Al}$ , respectivamente. El flujo de neutrones empleado es de  $10^8$ - $10^9\text{s}^{-1}$  (ver Figura 53).

En el caso de la metalurgia se aplica para determinar de forma simultánea a la determinación del indio y del cadmio. El aparato empleado para analizar el indio y el cadmio consisten en las siguientes unidades ([Kartashev et al., 1967](#)).



En este año también desarrollan un método de análisis automático para determinar el oxígeno en metales ([Nikolaenko et al., 1967](#)). Los elementos que lo componen son los siguientes

### 1970-1980

De Jesus et al., ([De Jesus et al., 1974](#)) anticipa la fiabilidad de la activación continua on-line de una planta de concentración para determinar concentraciones de fluorita. Su equipo consta de una fuente de Am-Be de 2 Ci de actividad y un detector de NaI(Tl). El autor informa de los malos resultados obtenidos achacándolo a diversos factores como: la pésima geometría seleccionada en la instalación, la mala circulación de la pulpa, la baja actividad de la fuente, el blindaje y las cámaras de irradiación y bajo contaje. En contraste, el equipo SUSAC desarrollado años más tarde consigue superar estas trabas.

Braun et al., ([Braun et al., 1977](#)) desarrollan un sistema de activación neutrónica en continuo que permite determinar la concentración de fluorita en diferentes puntos en una planta de concentración de espato flúor. A este sistema lo denomina SUSAC (System for Investigation of Slurries through Activation by Californium) y sus componentes principales se muestran en la Figura 54.

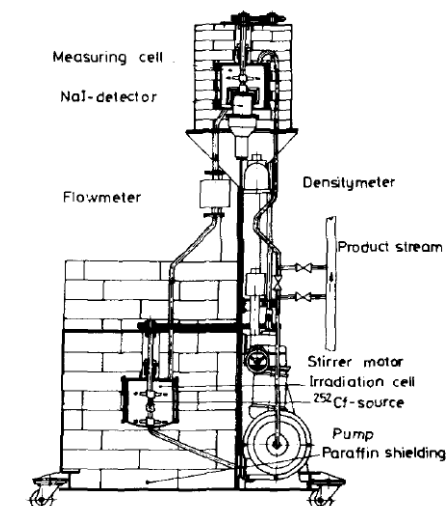


Figura 54. Sistema de análisis SUSAC (fuente [Braun et al., 1977](#)).



El sistema es alimentado por la parte superior con 21l aunque la célula de activación solo admite 9l y la de lectura 7,5l, disponiendo ambas de agitadores para mejorar la circulación de la pulpa. El sistema neumático dispone de conductos entre ambas células permiten el paso de 0,5l y tienen un diámetro de 0,25mm.

Para la activación de la pulpa se emplea una fuente isotópica de  $^{252}\text{Cf}$  y el contaje se realiza con un detector de NaI(Tl). En cuanto a las características del ciclo, este es de 5 m, realizándose medidas con pulpas de diferentes concentraciones y densidades.

Una industria que se ve fuertemente favorecida por la aparición de las técnicas de nucleares es la del carbón, ya que basta conocer las concentraciones de la sílice y del aluminio para calcular el contenido de cenizas de un carbón. El resultado son análisis rápidos para determinar las cenizas de los carbones como los propuestos por diversos autores como Borsaru et al., ([Borsaru et al., 1982](#)) y Janczyszyn et al., ([Janczyszyn et al., 1982](#)).

En 1980 se instala en la mina Huntley el medidor de cenizas CSIRO que forma parte de un sistema de automatización y control de la instalación minera. Este equipo se sitúa inmediatamente debajo del alimentador que vierte el carbón a la cinta transportadora. Hasta la fecha el mayor éxito comercial de Australia en sistemas de análisis de carbón mediante análisis de cenizas. A partir de este momento, se empiezan a instalar hasta 400 analizadores de cenizas en todo el mundo.

Maul et al., ([Maul et al., 1988](#)) aplican la técnica de activación automática para determinar el contenido de Si y cenizas en lignitos y desarrollan el equipo neumático SIACON, que dispone de una posición de irradiación y otra para el contaje de la muestra. La activación se realiza en un contenedor de acero de  $2,1\text{dm}^3$  (deseables para 1,1kg de carbón), la fuente de neutrones empleada es de  $^{238}\text{Pu-Be}$  con un flujo de  $4,34 \cdot 10^7 \text{ns}^{-1}$  dispuesta en el medio de la muestra. La estación de contaje está a 6m de la estación de activación y tiene dos detectores de





NaI(Tl) de 50mmx100mm apantallados de la fuente con plomo para evitar lecturas (fondo) procedentes de la fuente. La medida consiste en irradiar la muestra 10m seguida de un transporte de 15s hacia la estación de conteaje, donde se mantiene la muestra un total de 2,5m. A la salida del ciclo de medida el carbón es salpicado con agua (Figura 55).

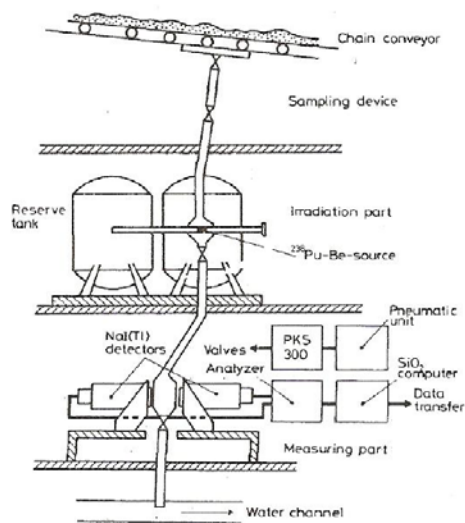


Figura 55. Sistema SIACON (fuente [Maul et al., 1988](#)).

En cuanto a sus ventajas, mientras que un equipo convencional requiere de 2,5h para realizar una media, este equipo realiza 5 medidas por hora. Por otra parte, las desviaciones de los análisis realizados respecto a los análisis químicos convencionales difieren de 0,2% SiO<sub>2</sub>, siempre que se trabaje con el carbón de una misma mina y tamaños del carbón generalmente mayores a 25cm.

De Norre et al., ([De Norre et al., 1980](#)) describen la determinación del flúor en blendas (minerales de sulfuros de cinc) empleando un sistema de análisis automático consistente en la activación durante 20s, transporte 4s y lectura durante 20s.

En este periodo se empiezan a optimizar los parámetros de un sistema para el análisis de activación neutrónica continuo ([Loska et al., 1973](#)).



### **1980-1990**

En este periodo se producen avances en los equipos para ordenadores y técnicas de procesamiento de señales. Un ejemplo es el sistema de monitorización para determinar el contenido de cenizas que presenta Rizk et al., ([Rizk et al., 1989](#)).

Asimismo, se expande el método de análisis de activación continua para determinar la concentración en todo tipo de minerales. Los elementos determinados incluyen Zn, Ag, Cu, Ni, Fe y W. Las plantas de concentración pequeñas determinan la concentración de estos minerales en determinados procesos de flujo, mientras que las grandes plantas de concentración permiten emplear la técnica en mayor número de procesos. De este modo el análisis directo de la pulpa mineral proporciona información instantánea y precisa para el control de varias plantas minerales ([Watt J.S., 1988](#)). Asimismo, reduce considerablemente los agentes químicos empleados en las celdas de flotación.

Göldner et al., ([Göldner et al., 1993](#)) ingenia una nueva versión de la técnica de activación automática para determinar flúor, sílice y bario en espato de flúor y baritas empleando una fuente isotópica.

En primer lugar Göldner desarrolla un equipo de laboratorio (Figura 56) donde las muestras son movidas manualmente. El montaje para determinar flúor, sílice y bario consiste en:

- 1) Un sistema de activación: con un contenedor para la fuente (fuente de  $^{238}\text{Pu-Be}$ ) y portamuestras intercambiables,
- 2) Un sistema de transporte y sistema de contaje: con un sistema de transferencia gravitacional y un detector de NaI(Tl) al final de la carrera,
- 3) Un espectrómetro de rayos gamma con un sistema electrónico para el control del ciclo.

Esta técnica prueba su alta fiabilidad en los propósitos de control en una planta de flotación.

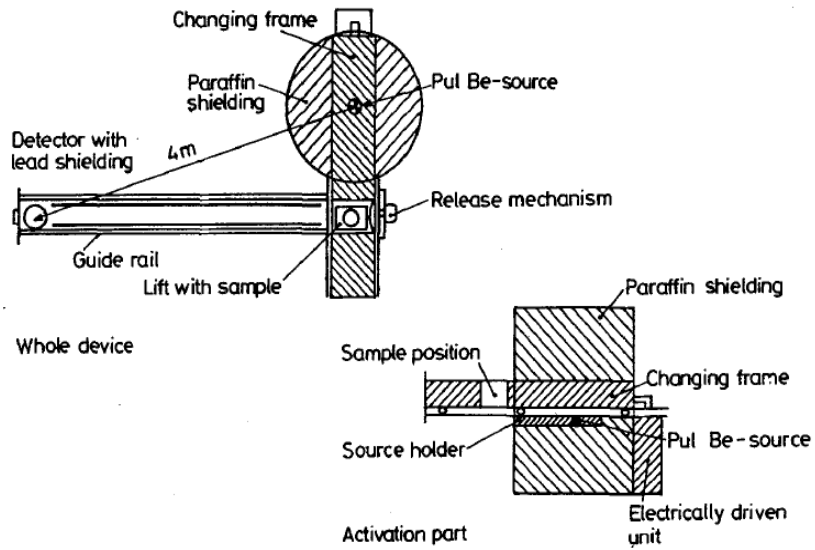


Figura 56. Equipo de laboratorio (fuente [Göldner et al., 1993](#)).

El siguiente paso es la construcción de un equipo automático para el control de la pulpa en el proceso propio de una planta mineral de concentración. La Figura 57 es una representación del sistema empleado.

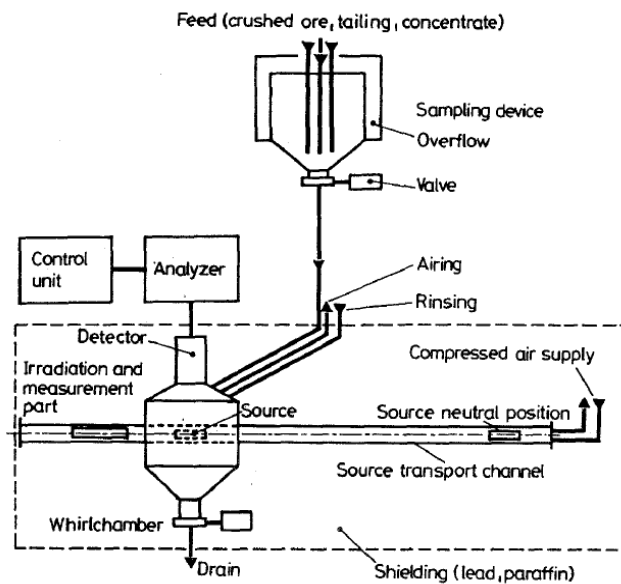


Figura 57. Equipo automático para el control on-line (fuente [Göldner et al., 1993](#)).



Los principales componentes consisten en una cámara para la activación y medida, así como una conexión entre ambas por medio de tuberías. El dispositivo donde se introduce la muestra es alimentado con mineral triturado, colas o concentrados hasta su máximo permitido 5l. La muestra es transportada a través de una tubería hasta la “cámara única” que dispone de la fuente de  $^{238}\text{Pu-Be}$  con un flujo de  $5 \cdot 10^7 \text{ns}^{-1}$  y del detector de NaI(Tl) de 100mmx50mm. Después de la irradiación, por inyección de aire comprimido la fuente es transferida a una posición neutral y la actividad inducida es medida. Tanto la posición de la fuente como la del detector están fijas dentro del área cubierto por parafina, la cual se emplea como medida de prevención evitando que la radiación salga al exterior.

Durante la irradiación y la medida, el agitador que se encuentra en la parte inferior de la “cámara única” proporciona aire de modo que las partículas se encuentran en la pulpa permanecen en suspensión.

La creciente expansión de los métodos de activación a escala industrial es el resultado de sus características como alta productividad, rentabilidad, automatización, simplicidad en los métodos operativos ([Ivanov et al., 1985](#)).

### **1990-2010**

Kustov et al., ([Kustov et al., 1993](#)) quieren establecer los principios básicos para seleccionar la fuente de neutrones más adecuada para operar durante el proceso de concentración del flúor. Su estudio se basa en anteriores trabajos y hacen referencia a algunos de los problemas encontrados empleando diferentes tipos de fuentes de neutrones, en análisis de activación para determinar el contenido de flúor en plantas de concentración de espato flúor. Usando una fuente de Pu-Be con un flujo de neutrones  $10^7 \text{s}^{-1}$  los errores producidos ([Bushkov et al., 1970](#)), estiman un error del 20% en la determinación del flúor. Estos resultados no satisfacen los requerimientos de una planta de concentración mineral. Usando una fuente de Am-Be con el mismo flujo de neutrones ([Bezomes et al., 1980](#)), otros autores ([Braun et al., 1979](#)) reducen la estimación del error al 5%, pero solamente



en algunos casos. Con una fuente de  $^{252}\text{Cf}$  y un flujo de neutrones de  $2.10^8 \text{ns}^{-1}$  el error es del 0,4% en el análisis de concentrados y del 1,6% en el análisis de materiales triturados, pero el análisis lleva 30m. El objetivo del trabajo de Kustov et al., ([Kustov et al., 1993](#)) es establecer los principios para seleccionar la fuente de neutrones con la precisión operacional adecuada en el proceso de concentración.

Hoy en día es fácil encontrar empresas que se dedican a la venta de productos que optimizan los procesos en las plantas de concentración mineral mediante el análisis de la pulpa. El analizador elemental on-line OLA-200 actualmente es comercializado por la empresa “Thermo Electron Corporation”, que permite determinar entre otros, los siguientes elementos: Fe, Na, Mg, Al, Si, P, S y Cl convirtiéndose en una valiosa herramienta en la flotación de fosfatos, para determinar niveles de impureza por la presencia del Mg, Ni, Si, Zn y Cu o en plantas de oro para recuperar sulfuros (Figura 58). Este analizador emplea una fuente de  $^{252}\text{Cf}$  y un detector de Ge (LN2- refrigerado), a menos que lo que se quiera detectar es Fe en cuyo caso emplea un detector de NaI a temperatura ambiente.

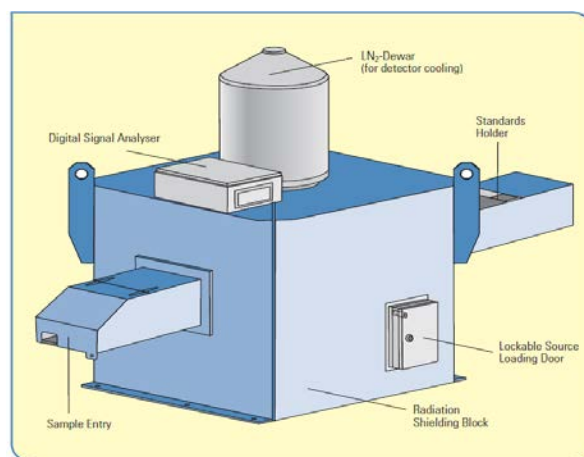
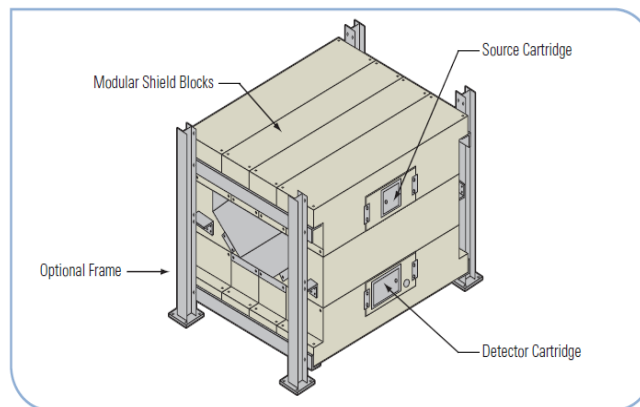


Figura 58. Analizador elemental on-line OLA-200 (fuente [www.thermo.com/minerals](http://www.thermo.com/minerals)).

Esta misma empresa comercializa analizadores del carbón, de modo que determina las cenizas, humedad o sulfuros durante el transporte del mismo en la



cinta transportadora. En el caso querer determinar la humedad del carbón emplea de una fuente de Cs, mientras que para la determinación de sulfuros y cenizas utiliza una fuente de Cf. El detector empleado depende de las dimensiones de la cinta transportadora (Figura 59).



**Figura 59.** Analizador ECA para el análisis del carbón (fuente [www.thermo.com/minerals](http://www.thermo.com/minerals)).

Para el análisis elemental en cementos la empresa Thermo Electron Corporation” emplea un analizador CB Omni que determina los contenidos en  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cl}$  y la humedad de forma opcional con una fuente isotópica de  $^{252}\text{Cf}$ , dependiendo el detector del tamaño de la cinta (Figura 60). La empresa Sabia comercializa dos tipos de analizadores con el mismo propósito denominados “X1 Coal Analyzer” y el “X1-L Static Sample Analyzer” ambos emplean una fuente de Cf.

Otras empresas como “Scantech” dispone de analizadores elementales que en tiempo real proporciona información. Un ejemplo de analizadores es el GEOSCAN C aplicables al carbón, cemento y a un amplio sector de la minería entre otros, el hierro y el cobre.

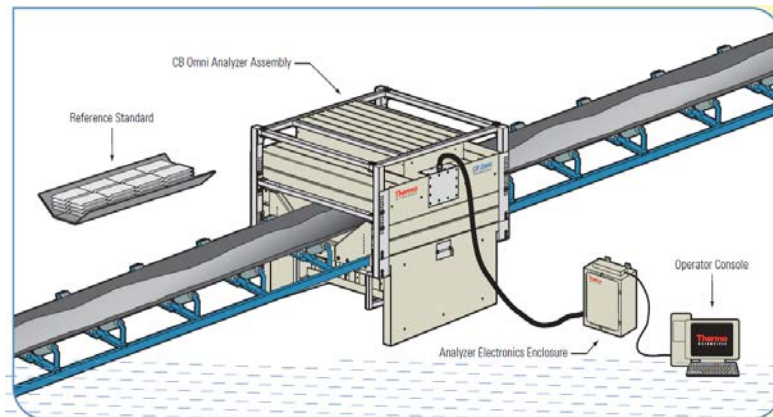


Figura 60. Diagrama operacional del analizador CB Omni para cementos (fuente [www.thermo.com/minerals](http://www.thermo.com/minerals)).

### 3.4 Método de activación neutrónica en sondeos mineros

Existen tres tipos de dispositivos que son habitualmente empleados para determinar la radiactividad emitida por un terreno:

- las sondas gamma natural que como su nombre indica responden a la radiación gamma natural emitida por el terreno,
- las sondas gamma que cuantifican las concentraciones de los radioisótopos presentes después de inducir radiactividad al terreno.
- las sondas neutrón miden la porosidad de las rocas basándose en la pérdida de velocidad que sufren los neutrones cuando colisionan con los núcleos de los átomos que se interponen en su recorrido, siendo el hidrógeno el elemento con mayor probabilidad de hacer que el neutrón pierda energía. De ahí que se pueda deducir la porosidad.

El primer tipo de sondas, consta únicamente de un detector, mediante el cual se registra la radiactividad natural emitida por las formaciones que contienen elementos como el potasio (K), el uranio (U) y el torio (Th). La desintegración de



cada uno de estos elementos (K, Th y U) emite rayos gamma siendo su energía de emisión característica de cada elemento. En la Figura 61 se observa este hecho, el potasio tiene un pico energético en 1,46 MeV, mientras que el pico del uranio se registra a 1,76 MeV.

Con este tipo de sondas es fácil distinguir entre la presencia de arenas y pizarras (arcillas) atendiendo exclusivamente a la actividad de los rayos gamma emitidos, ya que las pizarras destacan por su alto contenido en potasio, siendo en algunas clases de arcillas minoritarias la presencia de torio y de uranio. Esto implica que el registro radiactivo recogido de una formación de intercalaciones de arenas y arcillas, dará lugar a zonas con una mayor emisión de radiación correspondiente a la zona de pizarras y una zona de baja emisión debido a las intercalaciones de arena.

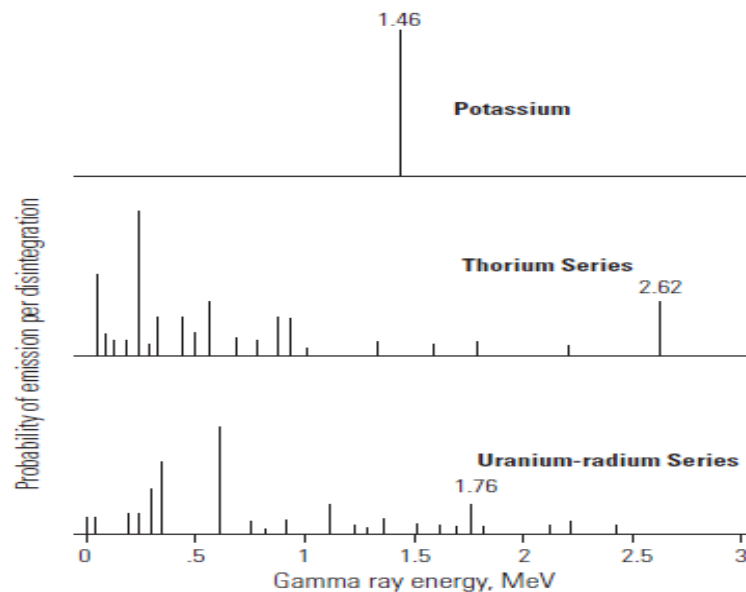


Figura 61. Distribución de los rayos gamma a partir de tres isótopos radiactivos naturales (fuente [Ellis et al., 1987](#)).

Por otra parte, las sondas gamma y neutrón no solo constan de detectores de radiación, sino también de fuentes neutrónicas para inducir radiactividad al terreno.





Debido a la profunda penetración de los neutrones y de los rayos gamma en la materia, las técnicas nucleares son deseables en la testificación de minerales, entre otros motivos porque:

1. la muestra tiene mayor tamaño en el sondeo que las que se pueden llevar a analizar a un laboratorio y,
2. los resultados se obtienen en tiempo real.

Como consecuencia, su uso está incrementando constantemente en diferentes minerías.

A lo largo de este capítulo será frecuente referirse a los registros radiactivos con el nombre de diagrfías. Estos registros proporcionan respecto a la profundidad un parámetro físico, como por ejemplo la radiación gamma natural (Figura 62).

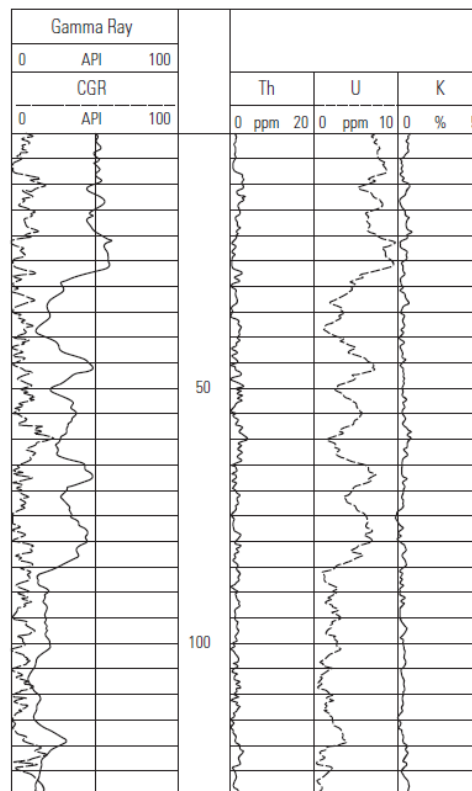


Figura 62. Diagrfía de la radiación gamma natural ([Darwin V.E., 1987](#)).



A continuación se muestra la evolución del método de activación en sondeos por periodos desde su nacimiento en 1936 hasta el año 2010.

**Tabla 6. Evolución en el método de activación neutrónica en sondeos**

<b>Periodo</b>	<b>Avance</b>
1936-1960	Inicios de la activación neutrónica en sondeos
1960-1970	Crecimiento de los análisis de activación aplicados a sondeos
1970-1980	Consolidación de los análisis de activación aplicados a sondeos
1980-1990	Consolidación de los análisis de activación aplicados a sondeos
1990-2010	Análisis de activación neutrónica aplicado en sondeos en la actualidad

### **1936-1960**

Los principales usuarios de los registros radiactivos, son las empresas dedicadas a la investigación del petróleo que han potenciado, además, un gran desarrollo en la calidad de los registros y una amplia variedad de propiedades a medir como por ejemplo la porosidad o la densidad. El interés mostrado por estas empresas en los registros radiactivos se debe fundamentalmente a dos causas:

[1] Reducción de costes en la toma de muestras.

[2] Aumento de la velocidad de perforación al no tener que detener la maniobra para obtener el testigo.

Las sondas y equipos para la investigación del petróleo se diseñan para trabajar a grandes profundidades y, por tanto, a elevadas presiones y temperaturas. La experiencia obtenida en el desarrollo de estos equipos, ha permitido que se realicen nuevas investigaciones referentes a la determinación de otros elementos, como el carbón, o incluso en la identificación de tramos pizarrosos (sales) en arenas (no sales). En este caso, los equipos se han tenido que adaptar a los nuevos ambientes de trabajo que se caracterizan por:

[1] Menor profundidad de los sondeos.



[2] Menores costes de perforación.

[3] Equipos más ligeros.

Con este tipo de sondas y durante este periodo, la señal de rayos gamma natural es muy baja del orden de 100KeV, probablemente este hecho es debido a la baja actividad del terreno, al uso de pequeños detectores escintilométricos con baja eficiencia, como el detector de NaI de 2"x2" ([Mathis 1984](#)) y al tipo de analizador (analizador monocanal). Todos estos factores, impiden discernir entre los diferentes elementos radiactivos existentes en un terreno, produciéndose errores muy significativos en la interpretación de los registros (diagrfias).

Esta situación comienza a solventarse con la aparición de detectores escintilométricos de mayor tamaño (NaI 2"x4", NaI 3"x3"... , BGO etc) ([Dresser 1984](#); [Goldberg 2001](#)) y los analizadores multicanales.

En cuanto a la bibliografía existente y mencionada, conviene aclarar que la mayor parte está enfocada hacia la industria del petróleo. Sin embargo, en 1960 hay constancia de que la Academy of Mining and Metallurgy en Cracovia establece su propio instituto de tecnología nuclear para entrenar ingenieros en técnicas neutrónicas para aplicarlas a la metalurgia, geología y minería ([Gorski 1969](#)). En este mismo año, se establece a nivel mundial la primera cooperación nuclear entre Polonia, URSS, USA, Francia, Austria, Gran Bretaña y la agencia internacional de energía atómica en Viena. A partir de estas cooperativas se realizan conferencias internacionales.

### **1960-1970**

Con el problema de baja señal radiactiva resuelto, se empiezan a realizar diversas investigaciones en diferentes campos mineros, por ejemplo, los trabajos llevados a cabo por los investigaciones Loetsh W., Eisler et al., Charbucinski J. ([Loetsh W., 1960](#); [Eisler et al., 1977](#); [Charbucinski J., 1993](#)). Estos autores centraron sus esfuerzos en identificar tramos arcillosos entre materiales ferruginosos, ya que la señal radiactiva procedente del hierro difiere notablemente del de las arcillas.



Otro estudio a destacar es el uso de la activación neutrónica en depósitos de cuarzo y sílice, así como en minerales de bauxita y fluorita ([Narzykulov N.B., 1968](#)). Precisamente, al objeto de determinar la concentración de fluorita de forma rápida mediante un gran volumen de mineral, se desarrolla un equipo para determinar dicha concentración a través de la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$  (Figura 63). El equipo que se describe a continuación, permite determinar la ley del mineral cuando este se encuentra en una carretilla ([Prokopchik et al., 1969](#)). Aunque este método no realiza el análisis directamente en un sondeo, se considera importante su mención en este apartado, no sólo porque el mineral a tratar es fluorita, sino también porque considero que este mismo sistema, con algunas modificaciones geométricas, podría ser empleado en un sondeo con el mismo fin.

El equipo consiste en una barra metálica (1) y un tambor (2) a través del cual se enrolla un cable de acero (3). Uno de los finales de este cable está unido al tambor (4), el cual es guiado por un motor eléctrico. El otro extremo del cable está unido a la fuente de neutrones (5). Entre el detector de radiación (6) y de la fuente de neutrones distan 2m.

El equipo funciona de la siguiente manera: en la posición inicial la fuente de neutrones (5) se encuentra bajo tierra y cubierto de agua, ya que este medio, evita que los neutrones salgan hacia el exterior. Cuando la carretilla con el mineral (12) se coloca según se observa en la Figura 63, el cable (3) asciende enrollándose en la polea, de modo que la fuente de neutrones (5) se estaciona frente al mineral, y la barra de empuje se acciona mediante el bloque (8) manteniendo el contacto directo entre ambos, durante el tiempo necesario para su activación. Posteriormente se accionan nuevamente los sistemas necesarios para que el detector ocupe la posición de la fuente y en este caso se produzca la lectura de la radiación emitida.

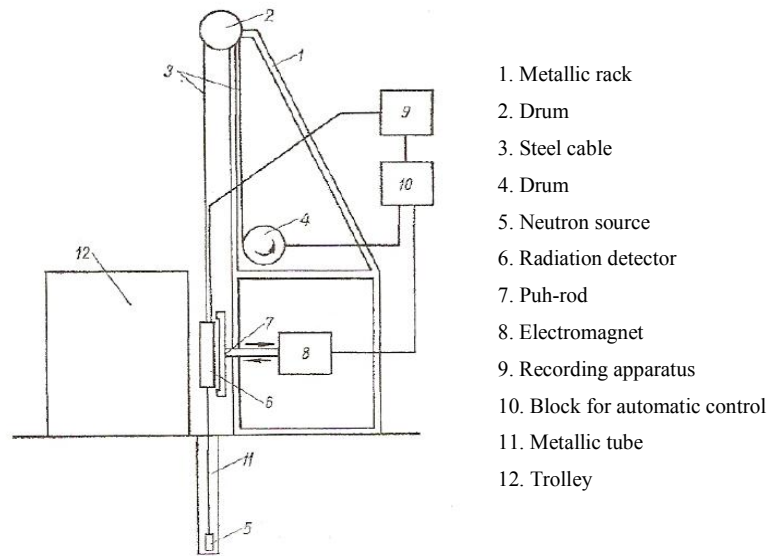


Figura 63. Equipo para determinar la ley de fluorita (fuente [Prokopchik et al., 1969](#)).

### 1970-1980

En este periodo se desarrolla una sonda para determinar simultáneamente el contenido de sílice y de oxígeno en una formación ([Peelman H.E., 1976](#)). La sonda está formada por un generador de neutrones de 14MeV y un detector de NaI(Tl) de 2"x2" como se observa en la Figura 64.

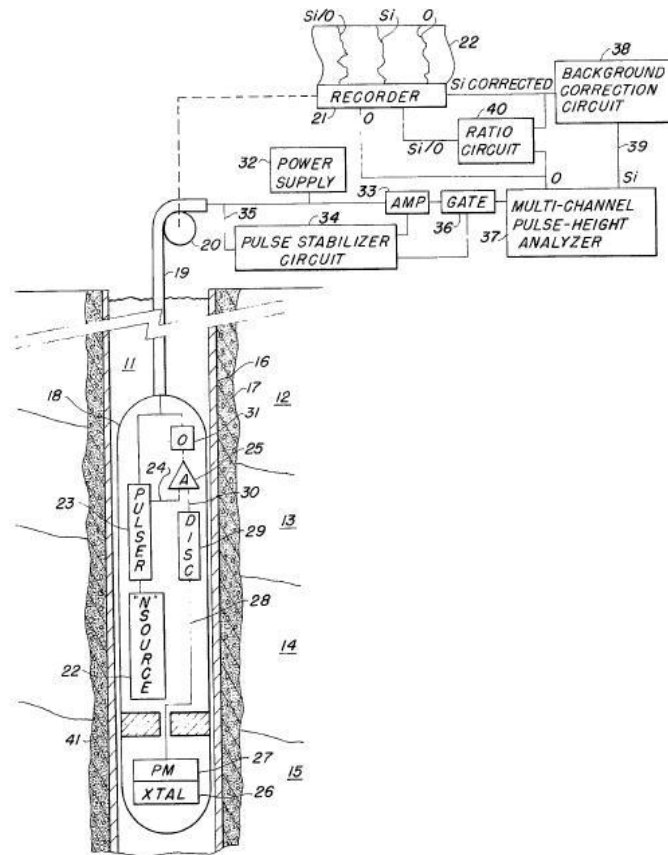


Figura 64. Sonda para determinar la sílice y el contenido de oxígeno ([Peelman H.E., 1976](#)).

Las capas carboníferas se caracterizan por su baja densidad y suelen disponerse entre lechos arcillosos y arenosos. La combinación de ambas situaciones hace que para determinar in-situ un carbón, se utilice simultáneamente la radiación gamma natural y la radiación gamma inducida. En primer lugar, con la radiación gamma natural se pueden diferenciar los tramos arcillosos de los que no lo son. Y en segundo lugar, para distinguir entre arcillas y carbones (con similar registro gamma natural), se emplea la radiación gamma inducida, que está directamente relacionado con el registro densidad ([Givens W.W., 1976](#); [Lavers et al., 1977](#); [Fertl et al., 1979](#)).

### **1980-1990**

Se continúan realizando investigaciones para determinar el carbón in-situ ([Clayton et al., 1983](#); [Wormald et al., 1983](#); [Borsaru et al., 1994](#)). Asimismo, las



cenizas contenidas en el carbón, mayoritariamente procedentes de elementos como Al, Si, Fe, Ca, Ti, S, pueden también determinarse usando las correlaciones existentes entre la densidad y las cenizas de los carbones ([Chabucinski et al., 1986](#); [Borsaru et al., 1988](#); [Borsaru et al., 1993](#)).

Chermeninov V.B ([Chermeninov V.B., 1989](#)) realiza varios ensayos con una sonda adaptada para determinar depósitos minerales con altos contenidos en flúor. La sonda empleada es de 1,3m y tiene una fuente de neutrones de Po-Be (flujo de neutrones entre  $1-2 \cdot 10^7 \text{s}^{-1}$ ) y un detector de NaI(Tl) de 30mmx70mm.

Con el tiempo se empiezan a mejorar los componentes de las sondas, un ejemplo es la sonda diseñada por Mathis et al., ([Mathis et al., 1984](#)) que en vez de emplear un detector de NaI emplea una de CsI. Destacan otras herramientas diseñadas en este periodo que emplean detectores BGO para operar a altas temperaturas BGO ([Flanagan et al., 1991](#)).

### **1990-2010**

La evolución de las sondas gamma natural es lenta, pero ha ido incrementando con el paso del tiempo. Las mejoras introducidas en la instrumentación así como en el procesamiento de la señal permiten adaptar estas sondas a nuevas aplicaciones geofísicas, hasta que finalmente aparecen la maquinaria para trabajar con grandes desviaciones mientras se perfora (LWD Logging While Drilling) ([Jan et al., 1987](#), [Mickael et al., 2002](#), [Mendoza et al., 2006](#)).

La mayor parte de las modificaciones en las sondas se realizan en la industria petrolífera, pero cabe destacar la adecuación que hizo la empresa Ocean Drillin Program para obtener mejor resolución. Esta empresa desarrolla una herramienta ([Goldberg et al., 2001](#)) que emplea cuatro detectores, dos de ellos son de 2"x2", y los otros son 4"x4", además añade un multisensor que permite almacenar la lectura registrada a cada profundidad de modo que la señal obtenida es mucho mejor que la proporcionada por un único detector de 12"x12".



Otra aplicación de este tipo de sondas se emplea para testificar el subsuelo de Hanford en busca de  $^{137}\text{Cs}$  y  $^{60}\text{Co}$ , ya que se producen armas nucleares ([Ellis et al., 1995](#)).

Borsau et al., ([Borsaru et al., 2001](#)) emplea una fuente de  $^{252}\text{Cf}$  y un detector BGO de 75mmx37mm para determinar el Fe y las cenizas en el carbón y compara sus resultados con los obtenidos previamente por [Chabucinski et al., 1986](#) y [Borsaru et al., 1993](#) con otros detectores escintilométricos.

### 3.5 Resultados previos del equipo de investigación

En lo que se refiere a los antecedentes de esta línea de investigación, en un estudio previo realizado por este equipo de investigación ([Rey-RoncoM.A., 2007](#)), se demostró la viabilidad del método de activación neutrónica de rayos gamma diferidos para determinar la concentración de flúor en muestras de concentrado de flúor procedentes de una planta de concentración mineral (Minersa, Asturias). El estudio consistió en dos fases, una teórica y otra experimental ([Rey-Ronco et al., 2011](#)).

En la fase teórica, se realizó un riguroso estudio de las reacciones que tienen lugar cuando los neutrones inciden con los isótopos naturales o estables que constituyen las muestras elegidas ([Rey-Ronco et al., 2011](#); [Rey-RoncoM.A., 2007](#), [Alonso-Sánchez T., 2010](#)). Para conocer todas las reacciones que se producen de un determinado isótopo con los neutrones, se empleó la base de datos EXFOR ([Herman M., 2011](#)). Esta misma base, se empleó para determinar la probabilidad de ocurrencia de cada reacción.

En total, se analizaron 12 elementos constitutivos de la muestra de interés y 468 reacciones entre estos elementos y los neutrones. En una primera fase, muchas de estas reacciones fueron descartadas por no tener una probabilidad de ocurrencia significativa para la energía de los neutrones propia de la fuente isotópica empleada en el estudio. Y de las reacciones restantes, se analizaron aquellas que





daban lugar a la aparición de un producto radiactivo y se estudiaron sus características ([Sonzogni A., 2007](#)).

De entre estas reacciones, se demostró que cuando los neutrones inciden sobre la muestra de espato flúor, una de las reacciones que se producen es la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$ . Esta reacción tiene una alta probabilidad de ocurrencia para la energía de los neutrones propios de la fuente de neutrones de Americio Berilio empleada en el estudio. El  $^{16}\text{N}$  originado en el proceso, es radiactivo y decae para formar  $^{16}\text{O}$  emitiendo rayos gamma con una energía de 6,128 MeV y una vida media de 7,13 s. Además se comprobó que todo el  $^{16}\text{N}$  era emitido única y exclusivamente por el  $^{19}\text{F}$ , y de todos los elementos presentes en las muestras de espato flúor, el  $^{19}\text{F}$  solo procedía de la fluorita.

En la Figura 65 se representa el proceso de activación en muestras de concentrado de espato flúor, donde en color negro se representan los isótopos estables y en azul los inestables.

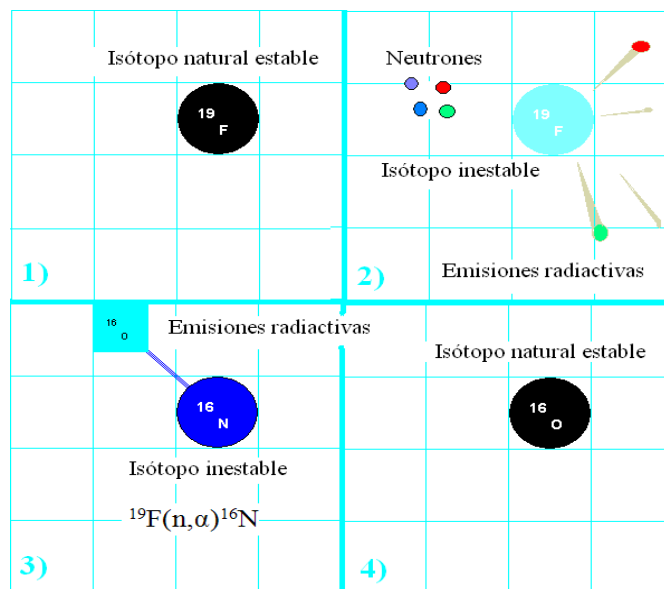


Figura 65. Proceso de activación sobre muestras de concentrado de espato flúor.

Desde un punto de vista teórico, quedaban asentadas las bases que justifican que la concentración de la fluorita en muestras de espato flúor puede ser determinada a



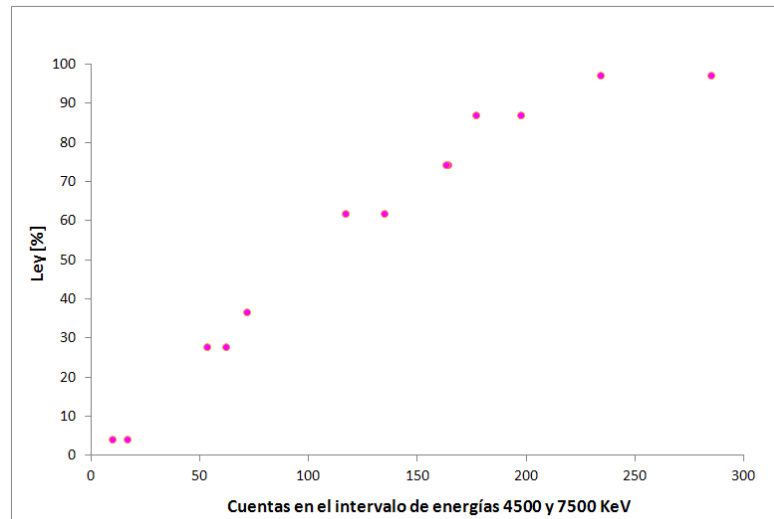
través de la detección del  $^{16}\text{N}$  mediante un análisis de activación neutrónica de rayos gamma diferidos.

En cuanto a la fase experimental, se diseñó un equipo de laboratorio con el que realizar análisis de activación neutrónica. Se realizaron varios experimentos con muestras de diferentes concentraciones y bajo diferentes condiciones de medida. La fuente de neutrones empleada era de Americio-Berilio de 1Ci de actividad, y la radiación gamma emitida por el  $^{16}\text{N}$  durante su decaimiento fue registrada por un detector de NaI(Tl) de 2"x2". El espectro de rayos gamma detectado, proporcionó un determinado número de cuentas o eventos radiactivos en torno a determinadas energías, características de la emisión radiactiva del  $^{16}\text{N}$  ([Rey-Ronco M.A., 2010](#)).

El espectro radiactivo obtenido tras cada experimento mostraba varios picos de energía típicos de  $^{16}\text{N}$ , los cuales se demostró que son proporcionales a la concentración en  $\mu\text{g}/\text{cm}^3$  del flúor presente en las muestras. Lo que verificó la validez del método.

Sin embargo, el número de eventos radiactivos registrados en el intervalo de estudio no era el que cabía esperar, por ejemplo, en una muestra del 60% en  $\text{CaF}_2$  el número de cuentas registradas era de 120, mientras que una muestra con un 97% en  $\text{CaF}_2$  registraba 250 cuentas, por lo que una cuenta representa 0,5% en  $\text{CaF}_2$  ([Rey-Ronco et al., 2010](#)). Este hecho, hace que sea muy difícil discernir entre leyes muy próximas (Figura 66).

Precisamente, el objetivo de esta tesis es incrementar el número de eventos radiactivos registrados por el detector. Y para ello, se propone diseñar un prototipo con el que realizar análisis de activación neutrónica cíclica.



**Figura 66. Relación entre la energía y la concentración en fluorita.**

En el siguiente apartado se explican algunos conceptos básicos sobre el análisis de activación neutrónica, entre ellos, cabe destacar las diferencias entre un análisis de activación neutrónica convencional y un análisis de activación neutrónica cíclico. Asimismo, se detallan y explican los elementos básicos que son necesarios para realizar análisis por activación neutrónica.

### **3.5.1 Equipamiento anterior (2007)**

Para realizar los primeros ensayos de activación neutrónica llevados a cabo en la Universidad de Oviedo ([Rey-RoncoM.A., 2007](#)), se emplearon varios equipos disponibles en el Laboratorio de Energía Nuclear del Departamento de Energía de la Universidad de Oviedo. Teniendo en cuenta la geometría y las características de estos equipos se diseñó y fabricó un prototipo adecuado para detectar el decaimiento del  $^{16}\text{N}$  tras la irradiación con neutrones de muestras de espato flúor.

En los siguientes apartados se pasa a detallar cada uno de estos equipos, así como el prototipo diseñado y el procedimiento de operación empleado.



### ***3.5.1.1 Equipos básicos (2007)***

- [1] Una fuente de neutrones de una aleación de dos metales, Americio 241 y Berilio 9, montada en una doble cápsula cilíndrica de acero inoxidable. Esta doble cápsula tiene unas dimensiones de 35mm de longitud por 30mm de diámetro. Su contenido en Americio es 0,309 g con una actividad de 1 Ci. La fuente tiene una emisión de  $3,7 \cdot 10^{10}$  neutrones por segundo.
- [2] Un detector de NaI (Tl) de 2" de diámetro y 2" de longitud (Figura 67), y un equipo de detección formado por un fotomultiplicador Camberra 2700P, fuente de alta tensión Ortec 556, convertidor analógico digital Canberra 8701, analizador multicanal Canberra 100, y el software System 100.



**Figura 67. Detector junto con el fotomultiplicador sobre una hoja de papel DIN-A4.**



Figura 68. Detector y zócalo del preamplificador Modelo 2007P.

En la Figura 69 se observa el conjunto modular de fuente de alimentación, convertidor analógico digital y amplificador.

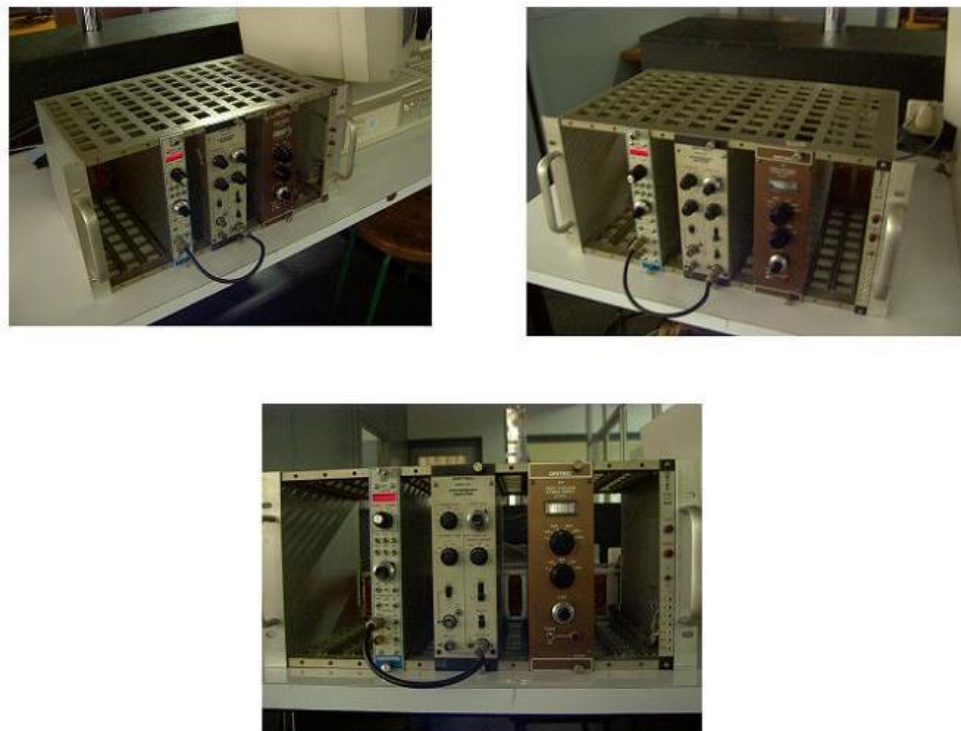


Figura 69. Fuente de alimentación, amplificador, convertidor analógico digital y analizador multicanal.

[3] Elementos de control de área, un detector de neutrones y un detector de radiación gamma para asegurar que las condiciones de trabajo eran seguras en todo momento (Figura 70).



Figura 70. Elementos de control de área.

### 3.5.1.2 Prototipo manual (2007)

A partir de los equipos básicos descritos se elaboró un prototipo, el cual utiliza el contenedor – blindaje original de la fuente –. Sobre este contenedor o blindaje, se colocó un conjunto de acero inoxidable, como el representado en el bloque 1 y 2 de la Figura 71 y dos portamuestras iguales también de acero inoxidable, representados igualmente en el bloque 3 de la misma figura.

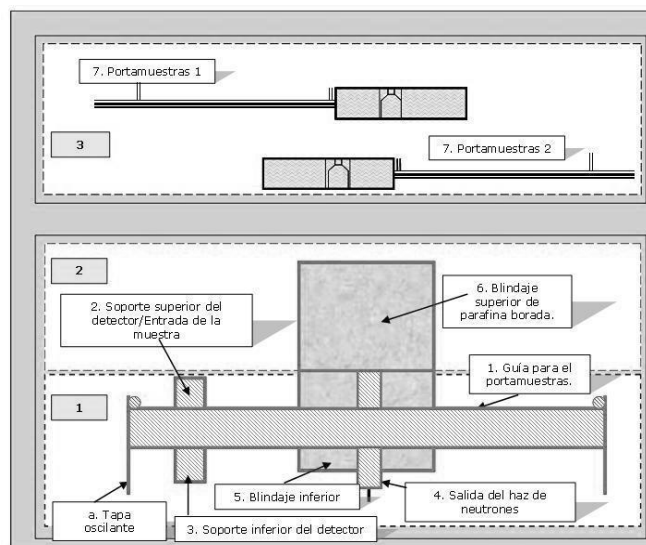


Figura 71. Elementos constructivos del primer prototipo.



En el bloque 1, que es el más complejo, se aprecian varios elementos cuyas denominaciones y objetivos son los siguientes:

- 1) Guía hueca para el portamuestras, de sección cuadrada, con dos placas oscilantes en cada extremo, que, en su apertura, permiten la entrada del portamuestras, y, en posición de cierre sirven de referencia en el movimiento del portamuestras.
- 2) Un soporte superior para el detector que puede servir también para la introducción de la muestra en el portamuestras.
- 3) Un soporte para el detector realizado en la parte inferior del portamuestras, en una posición colineal con el anterior.
- 4) Un tubo que permite la salida del haz de neutrones del contenedor original de la fuente.
- 5) Blindaje inferior, de acero, de sección circular, relleno de parafina borada, que está atravesado por el portamuestras mencionado anteriormente.

En el bloque 2 se encuentra el blindaje superior de acero inoxidable, relleno de parafina borada, que cierra e impide la salida de neutrones por la parte superior protegiendo de esta manera al operador.

En el bloque 3, se observan dos portamuestras de acero, que son dos cajas abiertas por su parte superior para facilitar el llenado con parafina borada, excepto en la parte central donde hay un tubo que permite alojar al contenedor de la muestra.

Bajo el espacio a ocupar por la muestra se ha perforado en la chapa de acero un orificio circular con dimensiones ligeramente inferiores a las del bote contenedor de la muestra. El objetivo es evitar la atenuación de la radiación procedente de la fuente, y de la radiación procedente de la muestra.



### 3.5.1.3 Funcionamiento del prototipo (2007)

El diseño del prototipo supuso que las muestras fueran desplazadas manualmente, entre las posiciones de activación y lectura (registro de la radiación), siendo estos tiempos característicos de cada experimento.

El procedimiento de operación incluye una única fase de activación y registro en cada medida (Figura 72):

- Introducción de la muestra en el portamuestras.
- Desplazamiento del portamuestras hasta llegar a la posición de irradiación. Para ello se desplaza el portamuestras por el interior de la guía hasta que la muestra esté situada frente a la fuente de neutrones.
- Irradiación de la muestra. La muestra permanece frente a la fuente durante un tiempo que se denomina tiempo de activación o de irradiación.
- Desplazamiento de la muestra hasta ser situada frente al detector. Esta operación tiene que realizarse en un tiempo mínimo, fijo y exacto para todas las medidas.
- Lectura de la muestra irradiada.

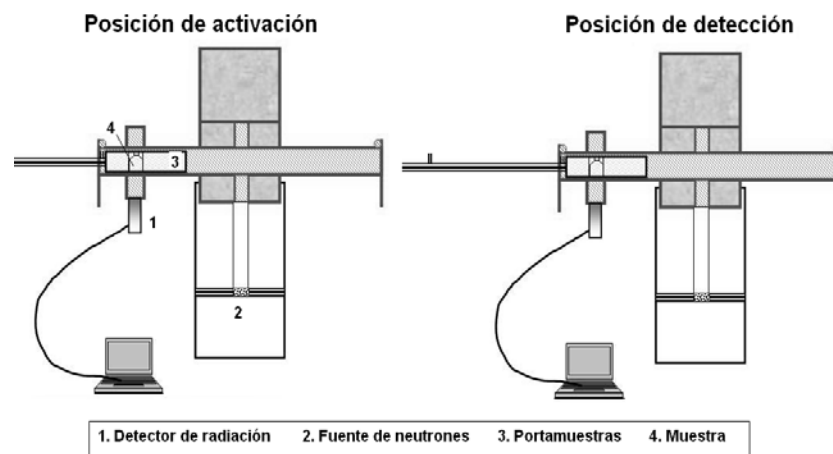


Figura 72. Posición de activación de la muestra y detección de radiación con el prototipo manual.

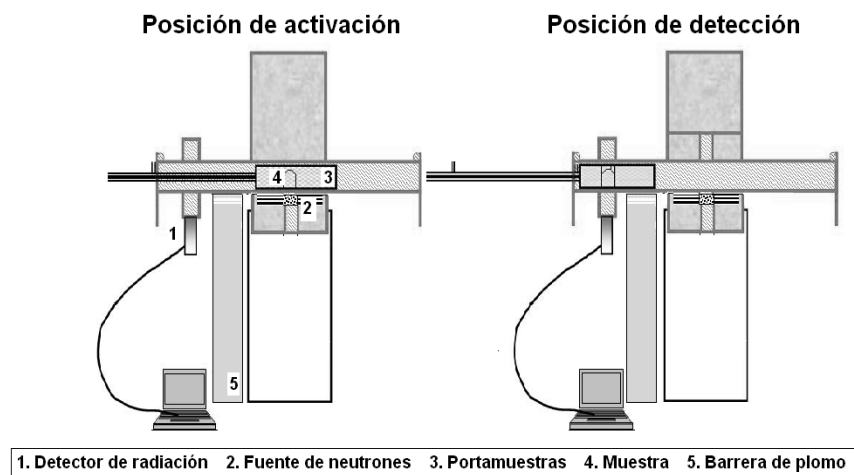
Tras realizar algunos ensayos de prueba se comprobó:





- que las muestras no eran activadas correctamente, y
- que el detector registraba cuentas que procedían directamente de la fuente de neutrones.

Para evitar ambas circunstancias, se rediseñó el prototipo de forma que la muestra y la fuente estuvieran lo más cerca posible y, entre el espacio existente fuente y detector se dispuso una barrera de plomo (Figura 73). Estas mejoras se realizaron aprovechando al máximo este el primer diseño.



**Figura 73.** Prototipo manual definitivo. A la derecha, en posición de activación de la muestra y a la izquierda, en posición de detección de radiación.

### 3.5.2 Muestras de espato flúor (2007)

En los experimentos anteriores, se emplearon cinco tipos de muestras de masa 350g y variables en ley (Tabla 7). Estas muestras fueron ensayadas en botes de polipropileno (PP).



**Tabla 7. Primer conjunto de muestras: Muestras empleadas en los análisis de activación de 2007.**

Denominación de la muestra	Masa de la muestra (g)	Ley CaF <sub>2</sub> (%)
Muestra 0	0	0
Muestra 1	350	4,2
Muestra 2	350	27,85
Muestra 3	350	36,75
Muestra 4	350	74,33
Muestra 5	350	97,2

### 3.5.3 Medidas experimentales (2007)

En este apartado sólo se muestran las medidas experimentales realizadas con las muestras especificadas en el apartado anterior, ya que como se verá en el “apartado 6” son de gran interés para el desarrollo de esta tesis (ver Tabla 8).

**Tabla 8. Medidas experimentales realizadas con el conjunto de muestras mostradas en la Tabla 7.**

Experimento	T(s)	td(s)	n	ta(s)	tl(s)	Detector	MCA
Experimento 1-2007	-	-	1	120	25	NaI	Canberra 100

#### 3.5.3.1 Experimento 1-2007

Este experimento consta de cinco análisis de activación neutrónica con muestras de espato flúor y un medida del fondo, con un único ciclo, un detector 2”x2” de NaI(Tl) y un fotomultiplicador Canberra 2700P.

Puesto que el desplazamiento de la muestra es manual, es difícil determinar con exactitud el tiempo total de proceso, y por tanto, los tiempos de activación y lectura. Sin embargo, se cronometra el tiempo de activación y de lectura para que estos fueran aproximadamente de 2 minutos y de 25s, respectivamente.

El conteo se realizó en el intervalo comprendido entre 4500 y 6000keV puesto que se concluyó que este era el rango de energías más interesante empleando un detector de NaI(Tl).



Tabla 9. Lecturas realizadas para 2m de activación y 25s de lectura (Experimento 1-2007).

Denominación de la muestra	Masa de la muestra (g)	Ley CaF <sub>2</sub> (%)	Cuentas totales leídas en el intervalo de 4500 y 6000keV
Muestra 0	0	0	12
Muestra 1	350	4,2	24
Muestra 2	350	27,85	56
Muestra 3	350	36,75	85
Muestra 4	350	74,33	158
Muestra 5	350	97,2	192

### 3.5.4 Análisis y conclusiones previas (2007). Diseño teórico de la activación cíclica simétrica

En la tesis realizada por Rey-Ronco M.A. ([Rey-Ronco M.A., 2007](#)), se realizaron los primeros experimentos de análisis de activación para determinar el contenido en flúor en muestras de espato flúor. En esta primera etapa de la investigación, los experimentos realizados fueron llevados a cabo para distintos tiempos de activación y un único ciclo, empleando para el registro de la radiación gamma un detector de NaI de 2"x2".

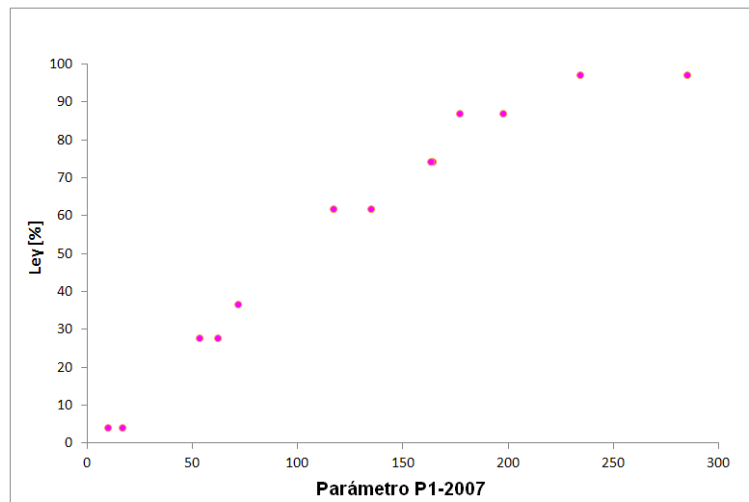
La selección del parámetro deducido a través del espectro que mejor correlacionaba con la ley de las muestras se realizó a través del análisis del coeficiente de correlación entre un parámetro y la ley. Se analizaron dos parámetros:

- Parámetro P1-2007: Referido al área efectiva (sin considerar las cuentas procedentes del fondo) bajo el espectro en el intervalo de energías comprendido entre 4,5 y 6MeV.
- Parámetro P2-2007: Referido al área efectiva bajo el espectro en el intervalo de energías comprendido entre 4,5 y 6,5MeV.

Tras analizar ambos coeficientes de correlación se descartó el segundo parámetro.



Por otra parte, el número de cuentas detectado en estos experimentos con el equipo disponible, fue muy bajo: una muestra de 60% de ley en fluorita emitía después de ser bombardeada con neutrones, 120 cuentas; por tanto, una cuenta representaba 0,5 puntos de ley. En la Figura 74, se representa la ley de fluorita vs el Parámetro P1-2007.



**Figura 74. Relación entre el Parámetro P1-2007 y la ley de fluorita.**

Para deducir el camino que posibilitaba incrementar el número de cuentas, se desarrolló un modelo teórico de la evolución de la concentración de  $^{16}\text{N}$  con el tiempo durante la activación de la muestra (Figura 75-1A). Esta evolución está regida por la función exponencial  $g(t) = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t})$ . Después de un periodo de irradiación  $\tau$ , comienza el decaimiento del  $^{16}\text{N}$  tiempo durante el cual se produce al periodo de lectura  $h(t) = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot \tau}) \cdot e^{-\lambda \cdot (t - \tau)}$  (Figura 75-1B), donde:

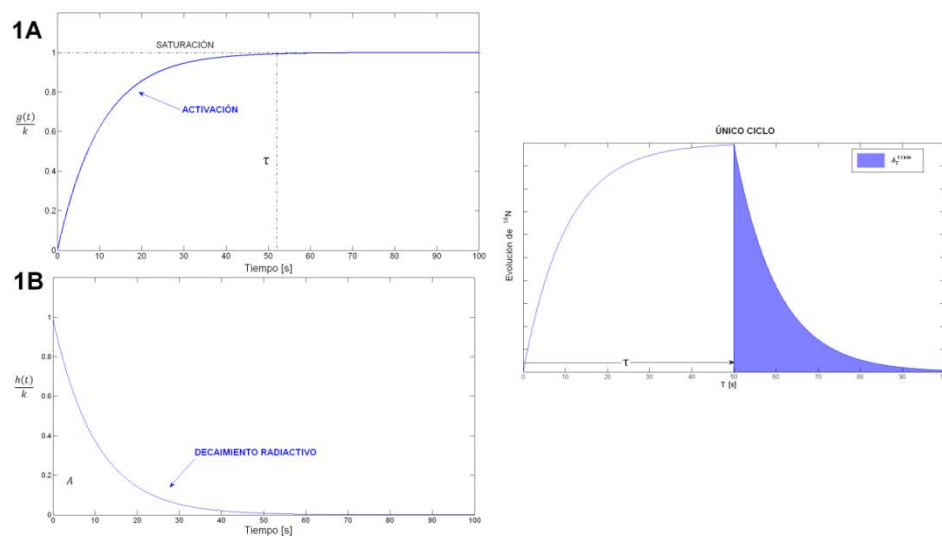
- $k$  es un parámetro que depende de:
  - la concentración en flúor en la muestra,
  - del flujo de neutrones y
  - de la sección eficaz de la reacción de los neutrones con el flúor,



- del tipo de detector
- $\lambda$  es la constante de semidesintegración del  $^{16}\text{N}$ , y es igual a  $\ln 2/T_{1/2}$ , donde,
  - $T_{1/2}$  es el tiempo de semidesintegración de  $^{16}\text{N}$ , es decir, 7,13s,
  - $t$  es el tiempo durante el cual se está irradiando la muestra.
- $T$  es el tiempo de proceso.

Se observa en la figura que la concentración de  $^{16}\text{N}$  llega a estabilizarse a partir de un tiempo dado, diciéndose entonces que se ha llegado a la saturación.

El equipo de medida registra el espectro de rayos gamma acumulado durante un intervalo de tiempo determinado (tiempo de lectura). Para un intervalo de energías determinado, esta lectura acumulada equivale al valor resultante de la integración de la función anterior durante dicho tiempo. (Área A de la Figura 75).



**Figura 75. Activación y decaimiento radiactivo en un solo ciclo de activación. (Nótese que el eje de ordenadas expresa  $\frac{g(t)}{k}$  y  $\frac{h(t)}{k}$ ).**

Esta lectura se ha denominado  $A_T^{1\text{Ciclo}}$ , que significa área registrada por el detector en el intervalo de energías correspondiente al  $^{16}\text{N}$ , durante un tiempo de proceso activación-lectura igual a  $T$ , con una activación única. Se comprobó que para un tiempo de proceso  $T$ ,  $A_T^{1\text{Ciclo}}$  es máxima cuando los tiempos de activación



y de lectura son iguales a  $T/2$ . Esta misma circunstancia se da en cualquier número de ciclos, por lo que el tiempo de activación y el tiempo de lectura que optimizan esta área es  $\tau_{op} = \frac{T}{2 \cdot n}$  para  $n$  ciclos. El área  $A_{opt}^{nciclos}(teórico)$  representa el área registrada por el detector en el intervalo de energías correspondiente al  $^{16}\text{N}$  en una situación óptima de activación, es decir, con tiempos de activación y lectura iguales a  $T/2n$ .

Se demostró que esta función es:

$$A_{opt}^{nciclos}(teórico) = \frac{k}{\lambda} \cdot \left(1 - e^{-\lambda \cdot \frac{T}{2 \cdot n}}\right)^2 \quad [11]$$

La Figura 76 representa el área  $A_{opt}^{nciclos}(teórico)$ , en los sucesivos ciclos de irradiación y lectura de la muestra para un tiempo de proceso de 100s. En este caso, si la primera activación alcanzara un 70% respecto a la concentración en  $^{16}\text{N}$  de saturación, en el momento de iniciar el segundo ciclo de activación, la cantidad de  $^{16}\text{N}$  presente sería aproximadamente el 2 %. En este momento, comienza una nueva fase de activación y empiezan a formarse  $^{16}\text{N}$  de segunda activación. Al final de la segunda activación, la cantidad de  $^{16}\text{N}$  presentes de la primera activación es del orden de 6% respecto a la saturación, por lo que el segundo decaimiento empieza con una concentración próxima a 76% de la saturación. La cantidad de  $^{16}\text{N}$  de segunda activación es prácticamente la misma que al finalizar la primera activación, por lo que el tercer y siguientes ciclos se repiten de forma semejante al segundo ciclo. Se ha llamado a este ciclo “activación cíclica simétrica”.

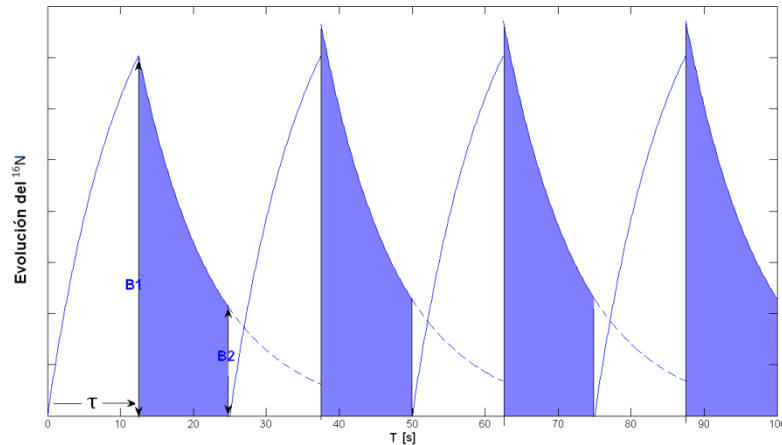


Figura 76. Representación de una activación cíclica simétrica para  $T=100$  sin considerar el desplazamiento de la muestra.

Asimismo, se obtuvo una nueva ecuación de la evolución del  $^{16}\text{N}$  respecto al tiempo de proceso, pero esta vez, teniendo en cuenta el tiempo de desplazamiento necesario para trasladar la muestra desde el punto de activación hasta el punto de lectura, que supondría una reducción del área marcada anteriormente debido a la ausencia de lectura durante este periodo de desplazamiento. De modo, que la función área en la situación óptima de igualdad de tiempos de irradiación y lectura, y con un tiempo de desplazamiento  $d$  es:

$$A_{opt}^{dnciclos}(\text{teórico}) = n \cdot \frac{k}{\lambda} \cdot \left(1 - e^{-\lambda \cdot (\frac{T}{2n} - d)}\right) \cdot (e^{-\lambda \cdot d} - e^{-\lambda \cdot \frac{T}{2n}}) \quad [2]$$

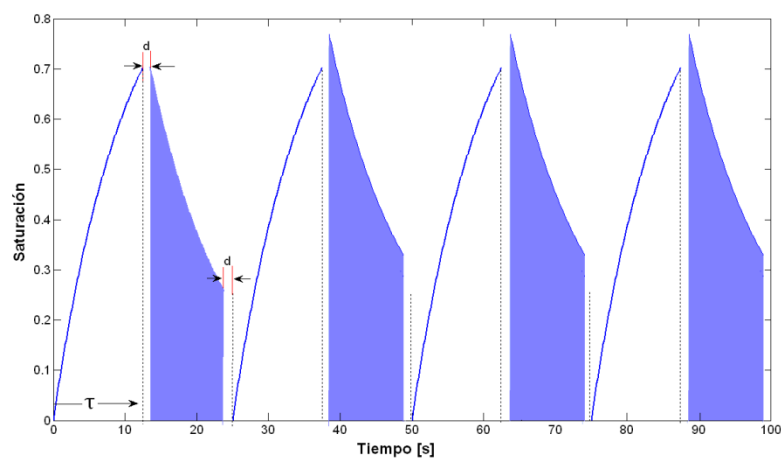


Figura 77. Representación de una activación cíclica simétrica para  $T=100$  considerando el



desplazamiento de la muestra  $d=0,325s$ .

En la Tabla 10 se muestra en detalle para los primeros 16 ciclos y las series 100, 200, 300 y 350 los valores  $A_{opt}^{dnciclos}(teórico) \cdot \frac{\lambda}{k}$ , empleando un tiempo de desplazamiento  $d=0,325s$ .

Tabla 10. Valores de  $A_{opt}^{dnciclos}(teórico) \cdot \frac{\lambda}{k}$  según T y n, para un tiempo de desplazamiento de 0,325s.

T n	100	200	300	350	T n	100	200	300	350
1	0,953	0,969	0,969	0,969	9	1,385	3,679	5,522	6,213
2	1,602	1,907	1,935	1,937	10	1,292	3,6	5,595	6,384
3	1,841	2,677	2,86	2,886	11	1,207	3,506	<b>5,615</b>	6,488
4	<b>1,866</b>	3,204	3,67	3,763	12	1,129	3,402	5,597	6,539
5	1,8	3,519	4,318	4,517	13	1,058	3,294	5,55	<b>6,55</b>
6	1,701	3,682	4,805	5,13	14	0,994	3,185	5,483	6,53
7	1,593	<b>3,74</b>	5,151	5,606	15	0,934	3,078	5,401	6,485
8	1,486	3,731	5,382	5,961	16	0,88	2,972	5,308	6,421

En la Figura 78 se representa la ecuación  $A_{opt}^{dnciclos}(teórico) \cdot \frac{\lambda}{k}$  para las series indicadas con un tiempo de desplazamiento de 0,325s.

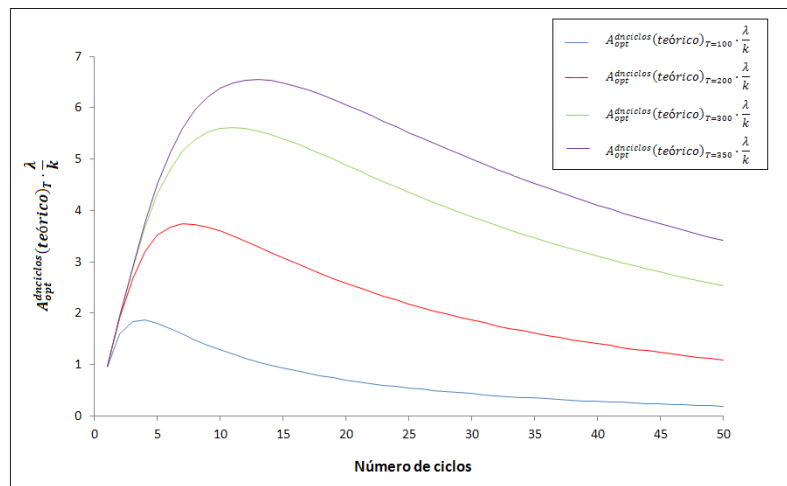


Figura 78. Representación gráfica de  $A_{opt}^{dnciclos}(teórico) \cdot \frac{\lambda}{k}$  para distintos tiempos de proceso y un tiempo de desplazamiento de 0,325s.





Si bien anteriormente se comprobó la mejora de los resultados sumando los espectros de distintos experimentos, en la tesis actual se pretende comprobar de manera fehaciente este modelo, a través de la realización de experimentos cíclicos.

Con los resultados obtenidos hasta este momento, se plantean nuevos proyectos con los siguientes objetivos:

- Aumentar el número de cuentas utilizando:
  - Ciclos repetidos,
  - Un tiempo de exposición y lectura adecuado.
  - Comprobar la influencia del tamaño de la muestra y del grado de compactación de la misma.
- Automatizar el proceso de desplazamiento de la muestra y el tiempo de exposición frente a la fuente y frente al detector.
- Utilizar el método en la determinación de otras sustancias relacionadas con las instalaciones mineras.
- Comprobar los resultados utilizando un equipo de detección más adecuado, incluyendo:
  - Detectores de otros tipos como el BGO y otras dimensiones, por ejemplo 3"x3".
  - Una fuente de neutrones de más actividad, por ejemplo 5 Ci.
  - Desarrollar un circuito electrónico específico que integre las cuentas en un rango de medida específico.
- Desarrollar, modificando el diseño actual un equipo para el análisis on line de la pulpa de la fluorita en tuberías.
- Desarrollar un sistema portátil capaz de determinar la ley de fluorita sobre un afloramiento o una superficie de mineral, como por ejemplo la pared de



una galería.

- Desarrollar un sistema de detección sobre una sonda, para detectar y cuantificar la ley de la fluorita en sondeos.



## 4 METODOLOGÍA

Llegados a este punto, comienza una nueva fase en la investigación, esta vez concerniente al uso de técnicas de activación neutrónica *cíclicas* para la determinación del contenido de flúor en muestras de espato flúor. El trabajo que se expone en esta tesis, tiene como objetivo aumentar el número de cuentas que previamente se había obtenido con el “*antiguo prototipo manual*”. Para conseguir este objetivo, se propone:

- Emplear ciclos repetidos,
- Definir los tiempos de exposición y de lectura adecuados a cada proceso.
- Determinar la influencia del tamaño de la muestra y del grado de compactación de la misma.
- Usar un sistema automático para desplazar las muestras, de forma precisa y segura, entre la posición de activación y lectura. Para conseguir esto, se empleará un motor lineal.

A lo largo de este capítulo, y con el objeto de aumentar el número de cuentas registrado en el detector se rediseñará el prototipo manual para adaptarlo al sistema automático de desplazamiento de muestras.

Antes de pasar a describir las modificaciones realizadas sobre el “antiguo prototipo manual”, definido en el apartado 3.5.1.2, se hace un repaso de los equipos básicos de los que se dispone en esta nueva fase de la investigación y de los que posteriormente se hará uso.



## 4.1 Equipamiento actual (2011)

A continuación se explican detalladamente los equipos básicos que se emplean en el diseño el nuevo prototipo, esta vez automático.

### 4.1.1 Equipos básicos

#### 4.1.1.1 Fuente de neutrones

Se emplea la misma fuente de neutrones que en los diseños previos. Esta fuente está formada por una aleación de dos metales, Americio 241 y Berilio 9, montada en una doble cápsula cilíndrica de acero inoxidable. Esta doble cápsula tiene unas dimensiones de 35mm de longitud por 30mm de diámetro. Su contenido en Americio es de 0,309 g tiene una actividad de 1 Ci. La fuente tiene una emisión de  $3,7 \cdot 10^{10}$  neutrones por segundo.

#### 4.1.1.2 Detectores de centelleo

Para realizar los análisis con el prototipo automático, se han empleado dos tipos de detectores:

- un detector de NaI(Tl) de diámetro y 2" de longitud y,
- un detector BGO de 2" de diámetro y 2" de longitud.

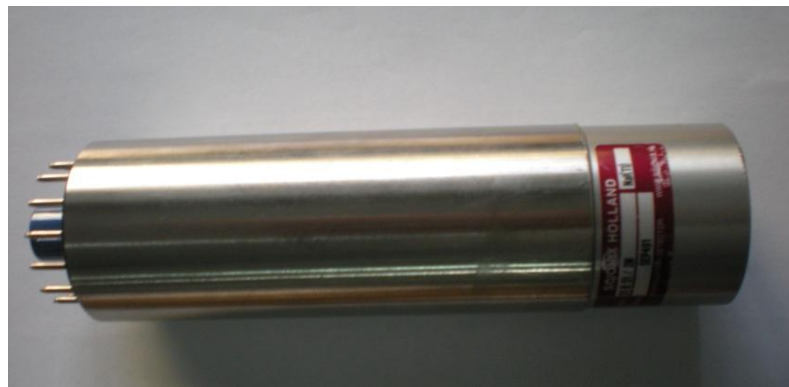


Figura 79. Detector de NaI de 2" de diámetro y 2" de longitud.



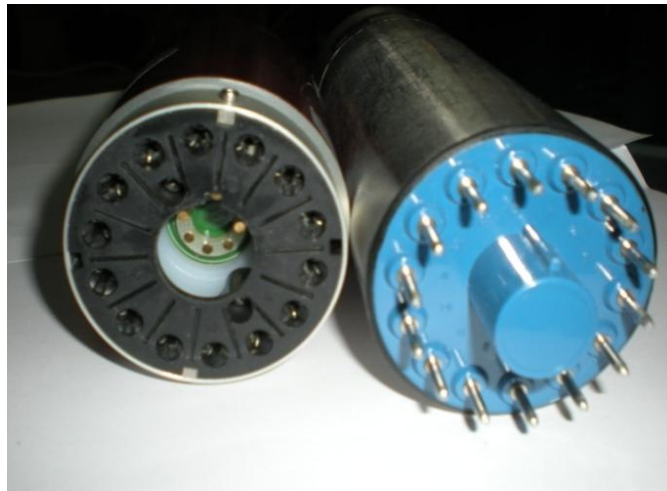
Ambos detectores tienen un aspecto exterior muy similar al mostrado en la Figura 79. Una pegatina roja con su designación permite diferenciar entre ellos.

#### **4.1.1.3 Multicanales (MCA)**

Para poder digitalizar la señal registrada por el cristal del detector es necesario disponer de un analizador multicanal (MCA). Para realizar los ensayos con el prototipo automático se emplean dos tipos de multicanales:

1. un multicanal Unispec y,
2. un multicanal Osprey.

A la izquierda de la Figura 80 se observa en detalle las conexiones hembra de un multicanal. Por otra parte, a la derecha Figura 80 se aprecia el conjunto de conexiones macho de las que dispone un detector.



**Figura 80. A la izquierda: Conexiones hembra del multicanal Osprey. A la derecha: Conexiones macho del detector.**

Una vez acoplado el MCA al detector, tal y como puede apreciarse en la Figura 82, es posible digitalizar la señal procedente del detector por medio de:

- una conexión USB incluido en el propio multicanal (Figura 81) y,
- el Software Genie 2000, que incluye el programa Gamma Acquisition &



Analysis empleado en el procesado de los espectros de radiación gamma.



Figura 81. Vista en planta del multicanal Osprey. A la derecha: conexión USB.



Figura 82. Detector de NaI acoplado al multicanal Unispec.

#### ***4.1.1.4 Software Genie 2000***

El software Genie 2000 incluye, para el procesado de los espectros radiactivos, el programa *Gamma Acquisition & Analysis* (Figura 83).

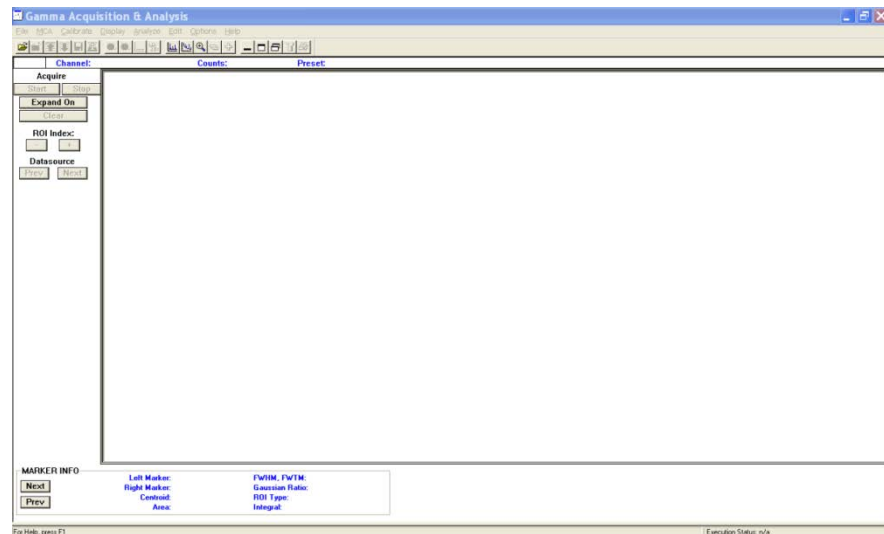


Figura 83. Entorno gráfico del programa Gamma Acquisition & Analysis.

Para el desarrollo de esta tesis se ha empleado el programa *Gamma Acquisition & Analysis* en la obtención de los espectros radiactivos, así como los programas *Matlab* y *Excel* para el tratamiento de los datos.

#### **4.1.1.5 Motor lineal**

El desplazamiento repetitivo de las muestras entre las posiciones de activación y lectura supone incorporar en el prototipo un medio para el desplazamiento rectilíneo de las mismas de forma rápida y fiable. Esto se consigue incorporando un motor lineal *Servotube*.

El motor según se observa en la Figura 84 está formado por:

1. Dos soportes situados uno en cada extremo, que se encargan de delimitar la carrera del motor.
2. Una cadena de arrastre.
3. Frenos de seguridad situados a cada lado de la barra imantada. Los frenos no vienen incorporados en el motor, al ser opcional, se opta por no incorporarlos.
4. Una guía o barra imantada tubular, cuyo interior está formada por una



sucesión de polos norte-sur.

5. Un módulo móvil que rodea totalmente a la guía imantada, y que igualmente está formada por una serie de bobinados.

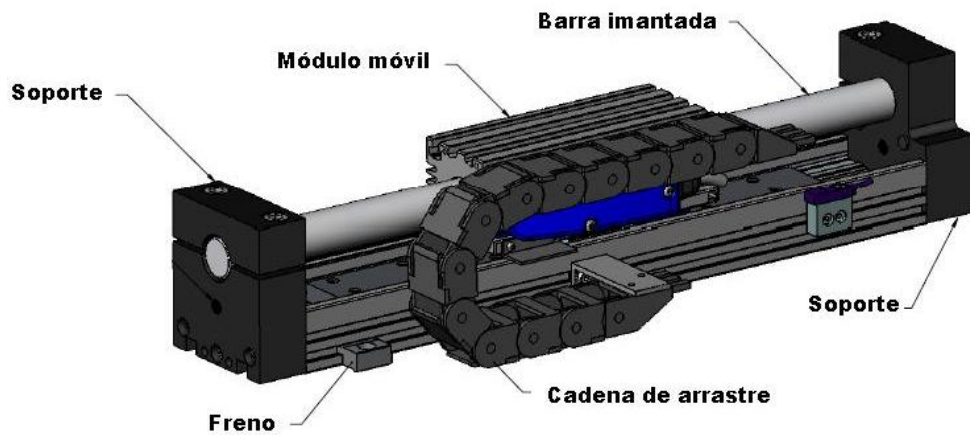


Figura 84. Motor lineal *Servotube* (fuente [www.mecmod.com](http://www.mecmod.com))

El movimiento rectilíneo se consigue gracias a la interacción electromagnética que se produce entre los bobinados del módulo móvil y la guía. Para controlar el movimiento del motor se emplea el software *C3ServoManager2 SingleMode* (Figura 85).

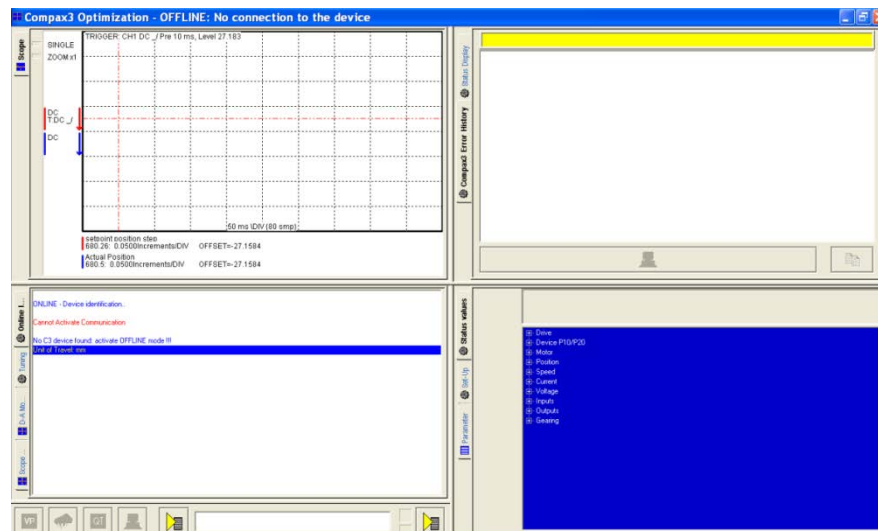


Figura 85. Entorno gráfico del software *C3ServoManager2 SingleMode*.

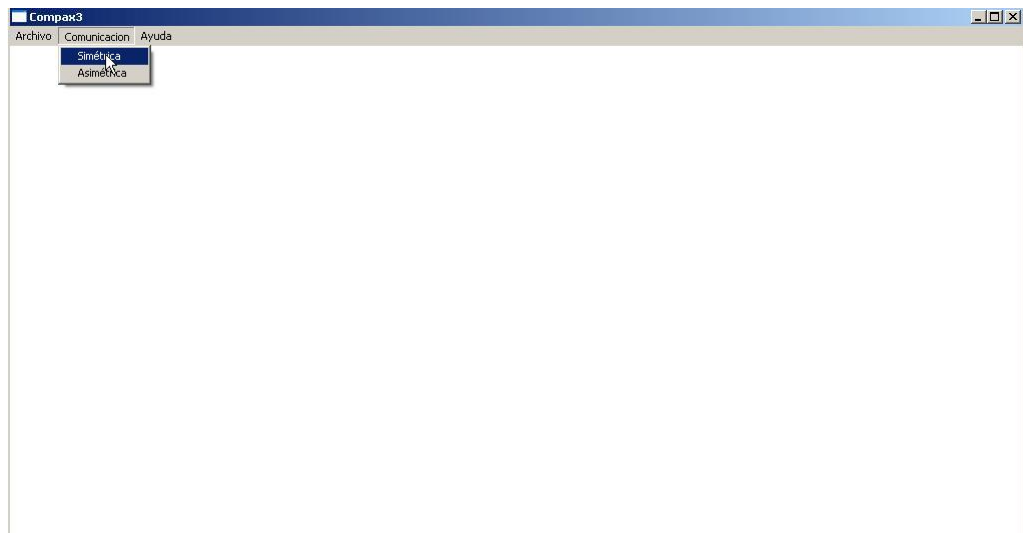




#### ***4.1.1.6 Programa para el control simultáneo del movimiento del motor y adquisición de registros radiactivos***

Cómo se ha comentado en los apartados anteriores, se necesitan dos programas para el control de los equipos, es decir, uno para controlar el movimiento del motor y otro para registrar los espectros radiactivos. Tener que manejar dos programas, no resulta práctico. Como solución, un Ingeniero de Telecomunicaciones desarrolló un programa con *Microsoft Visual Studio* capaz de ejecutar simultáneamente los programas *C3ServoManager2 SingleMode* y *Gamma Gamma Acquisition & Analysis*. A este programa se ha denominado “*Compax 3*”.

El programa *Compax 3* no solo tiene la peculiaridad de ejecutar cada uno de estos dos programas en el momento indicado manteniendo el otro en modo pausa. Este hecho tiene una ventaja y es evitar la lectura de cuentas procedentes del fondo, en el detector, durante el desplazamiento del motor.

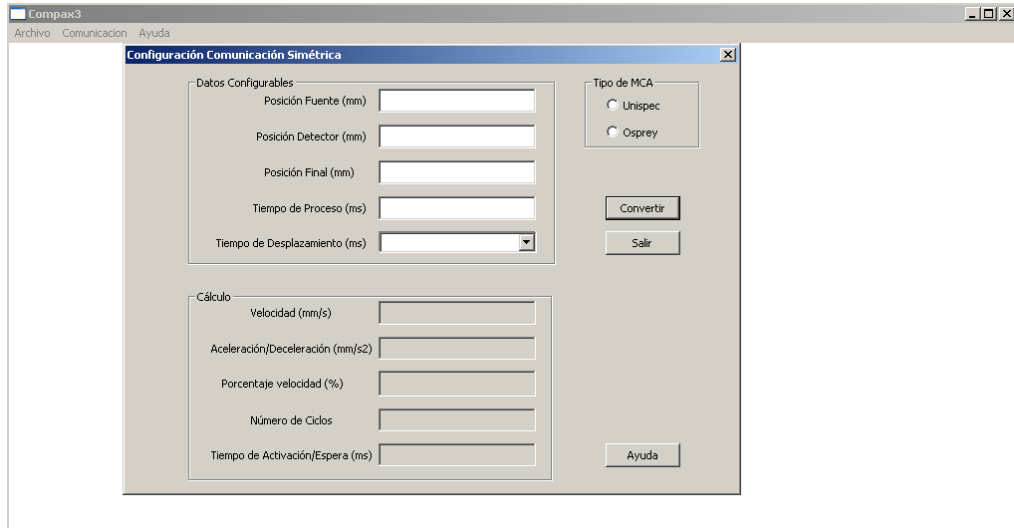


**Figura 86. Entorno gráfico del programa que ejecuta C3ServoManager2 SingleMode y Gamma Gamma Acquisition & Analysis simultáneamente.**

Se observa en Figura 86 que es posible escoger el tipo de comunicación que se quiere ejecutar, es decir, entre un proceso simétrico o asimétrico. Una vez



escogido el tipo de proceso, basta con especificar el tipo de multicanal, la posición de la fuente, el detector, el tiempo de proceso y el tiempo de desplazamiento del motor (Figura 87).



**Figura 87.** Entorno gráfico del programa que ejecuta C3ServoManager2 SingleMode y Gamma Gamma Acquisition & Analysis simultáneamente.

Los detalles de programación del programa Compaq 3 pueden verse en los ANEXOS.

#### **4.1.2 Comprobación y calibración de la instrumentación**

En este apartado se resume brevemente la metodología seguida con los equipos de detección para garantizar que están en disposición de medir eficazmente la radiación de una energía de 6128,63 keV, procedente del decaimiento del  $^{16}\text{N}$ . En concreto, se exponen los pasos seguidos para la calibración de los detectores de NaI y BGO, empleando indistintamente los multicanales disponibles.

Para la calibración se ha utilizado dos fuentes radiactivas:

- una fuente de Cesio 137 (Cs-137) que emite radiación gamma de una energía de 661,65 keV, y



- una fuente de Cobalto 60 (Co-60) que emite radiación en 1173,22keV y en 1332,49keV.

Se observa una diferencia energética considerable entre los picos del Co-60 y del Cs-137, por lo que en condiciones normales al situar simultáneamente ambas pastillas cerca de cualquiera de los detectores, se observarían estos tres picos en el entorno gráfico del programa *Gamma Acquisition & Analysis*. Sin embargo, al intentar realizar de este modo la calibración, se observó que la señal procedente de los picos del Co-60 era solapada por la del Cs-137.

El motivo era debido a que estas fuentes radiactivas tenían más de 5 años y la vida media del Co-60 es de 1925,28 días (~5 años). Por lo que la señal del Co-60 era tenue.

A fin de evitar el efecto de solapamiento durante la calibración de los equipos se hizo lo siguiente:

- [1] Ajustar adecuadamente los parámetros acorde al tipo de MCA para poder visualizar en el programa *Gamma Acquisition & Analysis* las altas energías (en el entorno de 8000keV) requeridas para visualizar el pico correspondiente a la presencia del  $^{16}\text{N}$ , por ejemplo, el voltaje...etc.
- [2] Colocar el detector sobre la pastilla de cesio manteniendo el detector aislado para evitar registros del fondo.

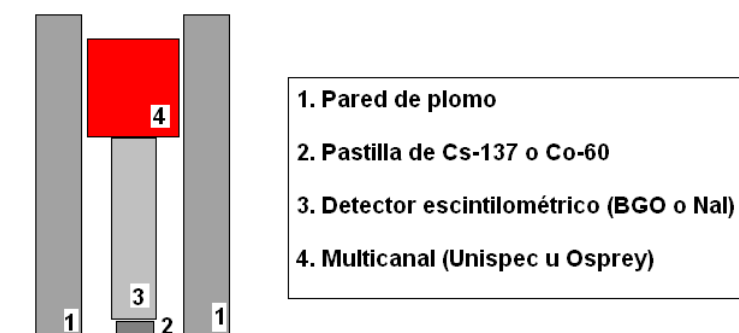


Figura 88. Disposición de la pastilla de Cs o Co durante el calibrado.



[3] Registrar durante 1s la señal procedente de la pastilla de Cs-137.

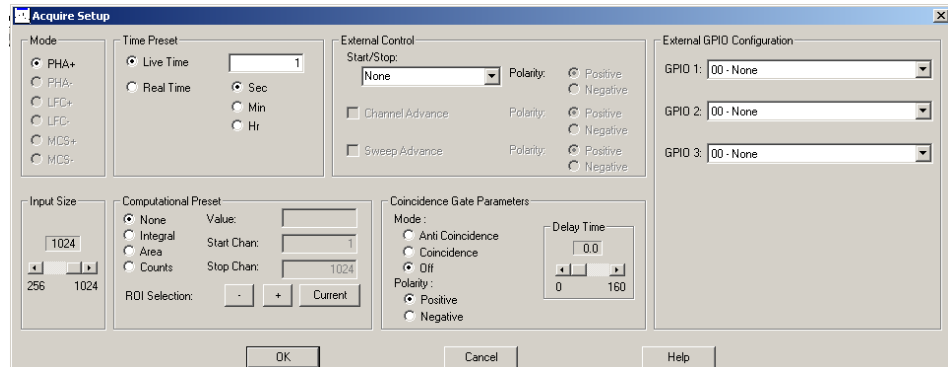


Figura 89. Detección del cesio.

[4] Cambiar la pastilla de cesio por la de cobalto y registrar durante 120s.

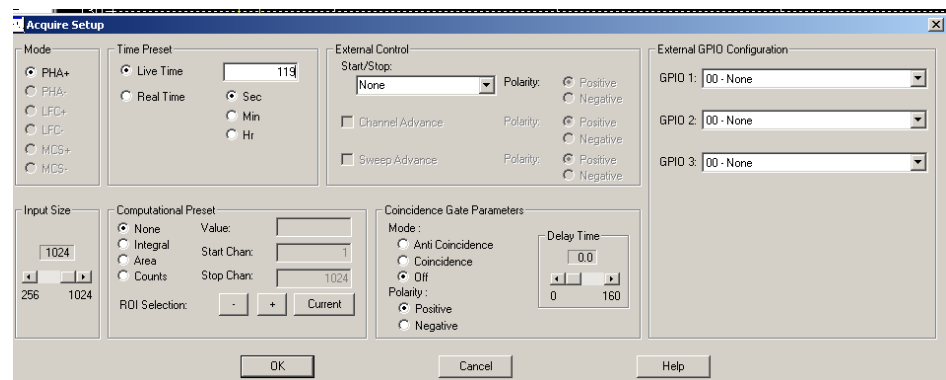


Figura 90. Detección de los picos del cobalto.

[5] Seleccionar los nucleídos que se van a calibrar acotando en primer lugar el pico perteneciente al Cs-137 tal y como se muestra en la Figura 91, y repitiendo el proceso de acotado para cada uno de los picos del Co-60.

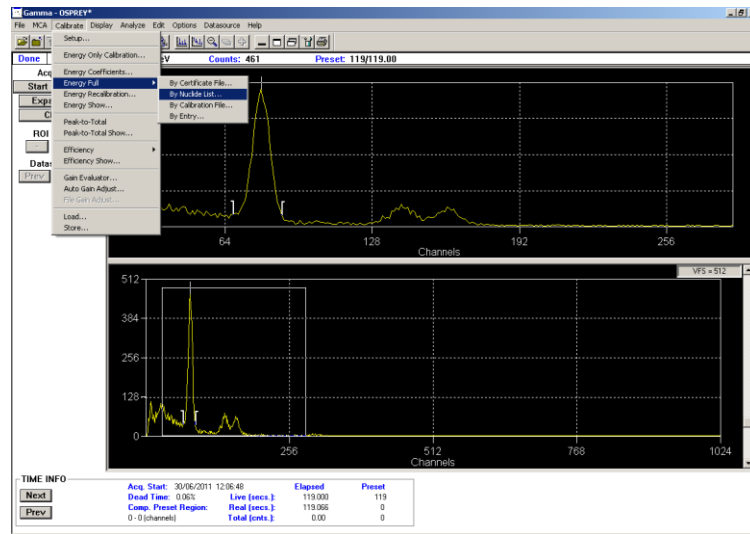


Figura 91. Seleccionar los picos desde una lista de nucleídos.

A continuación aparece en pantalla un entorno gráfico como el mostrado en la Figura 92, y se selecciona con el cursor de color blanco el pico de interés, habiendo acotado el pico previamente con los cursores en forma de T. De este modo, se hace una asociación canal-energía.

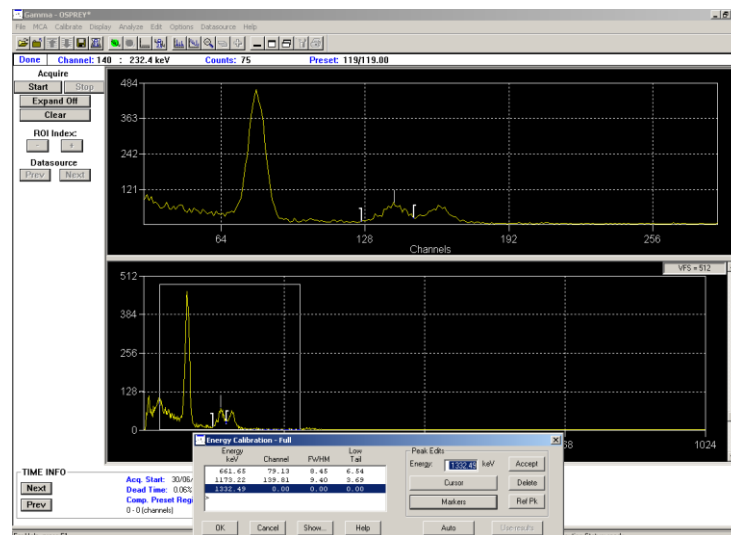


Figura 92. Selección del primer pico del cobalto.

Se modifican las preferencias del espectro para que aparezca en el eje de abscisas las energías en vez de los canales.

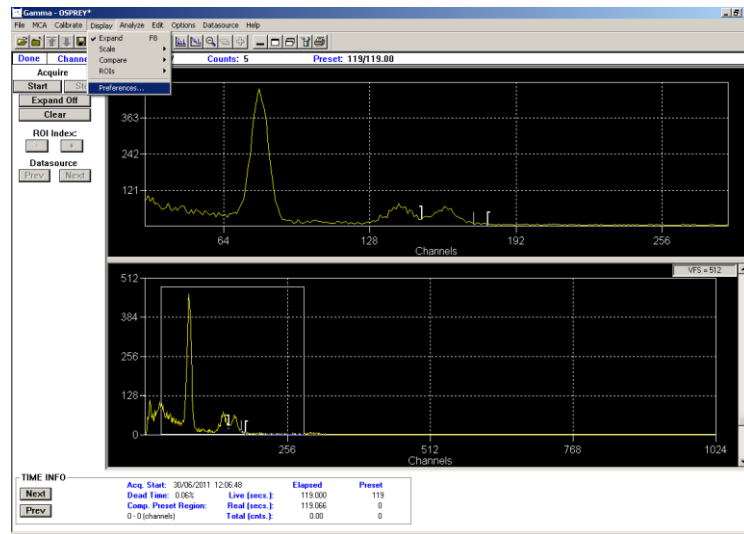


Figura 93. Cambio de canales por energías.

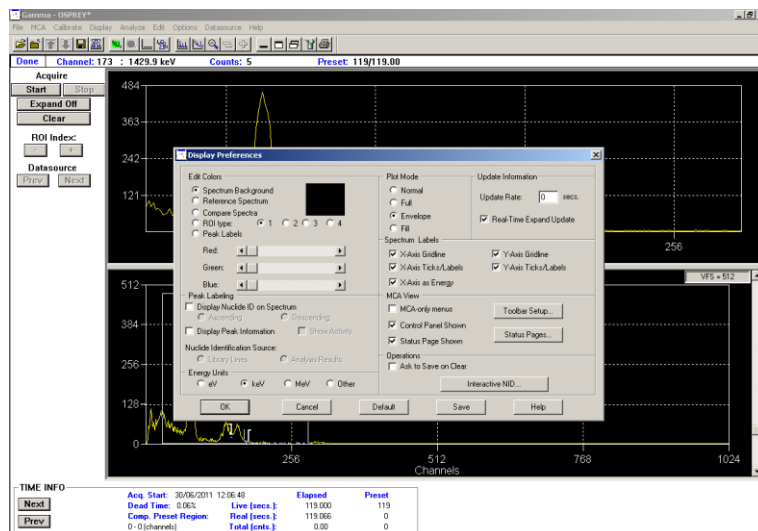


Figura 94. Cambio de canales por energías.

El resultado final, es un calibrado como el mostrado en la Figura 95.

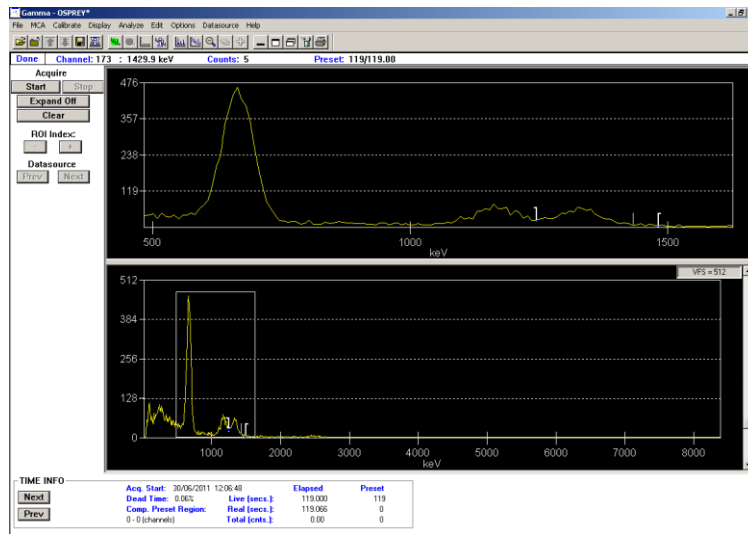


Figura 95. Calibrado para el  $^{16}\text{N}$  con multicanal Osprey y detector BGO.

### 4.1.3 Prototipo automático

El nuevo prototipo se ha realizado intentando aprovechar al máximo el diseño del “antiguo prototipo”. A continuación se muestran algunas imágenes tomadas durante el proceso constructivo.



Figura 96. Estructura del prototipo manual en el proceso de inserción del nuevo guía del portamuestras (sección circular).



**Figura 97. Estructura del prototipo manual con la guía del nuevo portamuestras (sección circular).**



**Figura 98. Estructura de apoyo del prototipo automático.**

En la Figura 99 se pueden contemplar a simple vista las diferencias y similitudes entre los prototipos manual y automático.

Observando esta figura, resulta sencillo determinar las similitudes entre ambos diseños. Sin embargo, es necesario enumerar y explicar detalladamente algunas de las diferencias:

- a. Tipo de recipiente contenedor de las muestras. En ambos casos las muestras son contenidas en un recipiente. El material escogido en ningún





caso puede convertirse en radiactivo, de no ser así habría que estudiar la naturaleza del mismo y tenerlo en cuenta al analizar el registro radiactivo, ya que no solo la muestra emitirá radiación, sino también el propio recipiente.

En el caso del prototipo manual, se ensayó con un recipiente de polipropileno de un volumen aproximado de 250ml. Estos recipientes eran introducidos en el interior de una sección circular de un portamuestras construido con chapa de acero (Figura 100). El espesor de estos recipientes es inferior a 2mm.

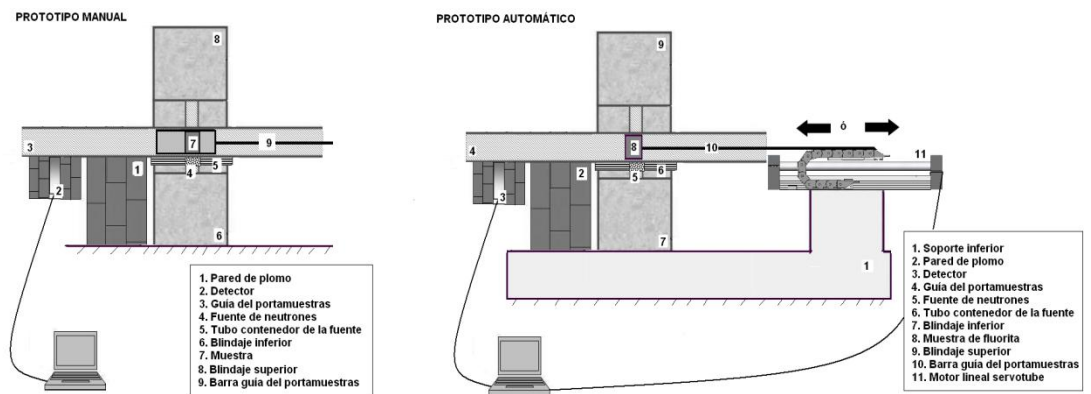


Figura 99. A la izquierda: prototipo manual. A la derecha: prototipo automático

- En la Figura 100 se muestra un portamuestras en su fase de construcción. El hueco no central del portamuestras tiene la peculiaridad de estar relleno de parafina. Mientras que la parte central, se introduce la muestra verticalmente tal y como aparece en la

Figura 102. Por la parte inferior de la muestra se retiró la chapa de acero para una mayor penetración de los neutrones en la muestra y para que los rayos gamma derivados del decaimiento del  $^{16}\text{N}$  llegasen fácilmente al detector, sin atenuación.



**Figura 100. Portamuestras empleado con el prototipo manual.**

El portamuestras tiene las siguientes dimensiones:

- el diámetro interior del cilindro de chapa metálica es de  $\Phi_i=88\text{mm}$ ,
- el diámetro exterior del cilindro de chapa metálica  $\Phi_e=96\text{mm}$ ,
- la longitud del portamuestras  $l=410\text{mm}$ ,
- la altura del cajón portamuestras  $h_i=145\text{mm}$ ,
- el ancho del cajón del portamuestras  $e=145\text{mm}$

Una barra de 520 mm longitud y 22 mm de diámetro en uno de los extremos permite al usuario desplazar los portamuestras en el interior del prototipo manual.

Por otra parte, los recipientes utilizados en el prototipo automático son de PVC (Figura 101) y tienen un espesor de  $\sim 3\text{mm}$  y sección circular, siendo el volumen de 207 ml. Este tipo de recipiente tal y como es diseñado el prototipo automático tiene dos funciones:

- i. Contener en su interior la muestra y simultáneamente,
- ii. Ejercer como portamuestras, ya que las tapas superior e inferior fueron mecanizadas de tal manera que permiten el acoplamiento de



una barra metálica de 8mm, que actúa como guía en el interior del prototipo.



**Figura 101.** A la derecha: Portamuestras con relleno de muestra de parafina. A la izquierda: Tapadera del portamuestras con mecanizado para la barra metálica.

- b. Disposición de la muestra en la guía. Con el prototipo manual tal y como fue diseñado, el recipiente que contiene la muestra se coloca perpendicularmente a la cavidad central del portamuestras (
- c. Figura 102). Por otra parte, la disposición del recipiente con el prototipo automático es horizontal (Figura 103).



**Figura 102.** Disposición vertical de las muestras durante las medidas con el prototipo manual.

Recordemos que con el prototipo manual se emplearon dos tipos de recipientes uno de ellos de PP y el otro de PE. El diámetro de la base inferior de ambos recipientes es de 645mm. Por otra parte, con el prototipo



automático el diámetro exterior del contenedor de la muestra es de 630 mm. Es decir, se ha pasado de tener un volumen de 250ml a 207ml.



**Figura 103. Disposición horizontal de la muestra durante las medidas con el prototipo automático.**

- d. Sección de la guía del portamuestras. La guía del portamuestras es la sección que atraviesa el prototipo de lado a lado, y es recorrida por el recipiente con la muestra. El interior de esta guía debe tener una sección apropiada para asegurar que el contenedor alcance la posición requerida en cada momento.

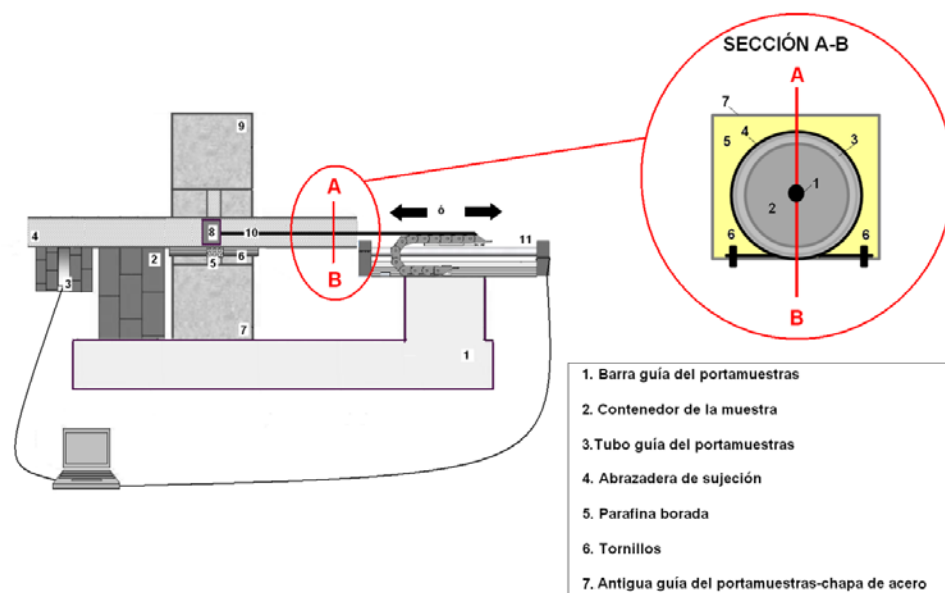
En el caso del prototipo manual, el portamuestras tiene una sección cuadrada de  $145\text{mm}^2$ . En consecuencia, la guía del portamuestras, fabricado con chapa de acero, tiene una sección interior cuadrada de  $147\text{mm}^2$ . Se observa que la sección de la guía portamuestras es ligeramente superior al del portamuestras para facilitar su desplazamiento por el interior del mismo.

En cuanto al diseño de la guía del contenedor de la muestra con el prototipo automático y al objeto de facilitar su explicación se adjunta la Figura 104. Se ha mantenido la anterior guía de chapa de acero y de sección cuadrada de  $147\text{mm}^2$ , y se ha introducido en su interior una tubería con un diámetro exterior de 750mm (tubo guía del portamuestras). Esta tubería se ha fijado en cada uno de sus extremos a la chapa de acero con la ayuda de una abrazadera y dos tornillos. La misión de esta tubería



es la de permitir al contenedor de la muestra desplazarse en su interior. El diámetro interior de esta guía es de 745 mm mientras que el del contenedor de la muestra es de 630mm. Se observa que el diámetro del contenedor de la muestra es ligeramente inferior al del diámetro interior de la guía.

En esta situación la muestra y el portamuestras son el mismo recipiente, y a diferencia que en el prototipo manual, en su interior, no se ha colocado parafina para evitar la salida de rayos gamma. Para impedir la salida de la radiación de la guía del portamuestras, se ha rellenado con parafina el espacio existente entre la anterior guía y esta tubería (Figura 104).



**Figura 104.** Vista de una sección de la guía del portamuestras con el nuevo prototipo.

En este diseño, cabe destacar que en el interior de la guía del portamuestras siempre hay:

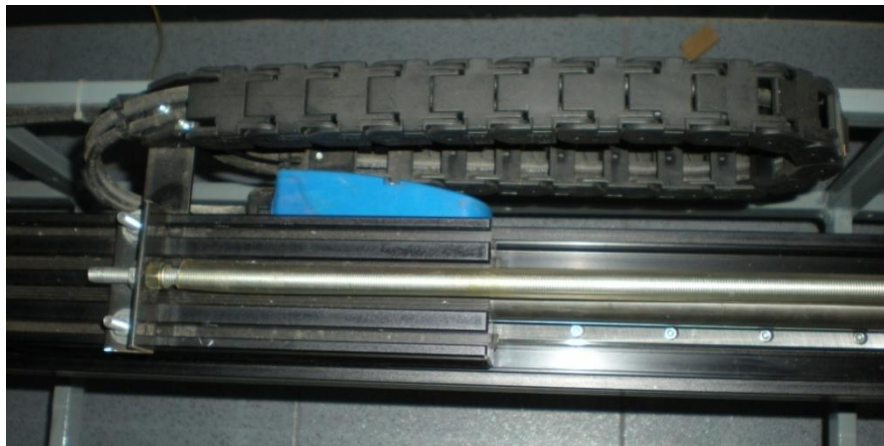
- un recipiente portamuestras con la muestra de fluorita en su interior y,
- un segundo recipiente portamuestras relleno de plomo para evitar la salida de la radiación gamma a través de la sección circular del



tubo guía.

- e. El desplazamiento automático. Supuso adaptar la barra guía del portamuestras al módulo móvil del motor. La barra guía del portamuestras empleada es una barra metálica roscada de 8mm de diámetro. Esta barra metálica fue cubierta por una manguera de goma transparente para evitar la atracción entre ésta y la barra imantada del motor.

Por otra parte, la barra metálica se une mediante dos tornillos a una pieza de sección rectangular dispuesta perpendicularmente al módulo móvil, y a su vez, para fijar esta pieza al módulo móvil se emplean dos tornillos (Figura 105).



**Figura 105.** Vista superior de la unión entre la barra guía del portamuestras y el módulo móvil del motor.

- f. Disposición del detector respecto a la fuente. Durante el diseño del prototipo manual se hicieron las pruebas oportunas para determinar la mejor ubicación del detector en el prototipo, de modo que, por una parte, estuviera lo suficientemente alejado de la fuente de neutrones para evitar la lectura de la radiación directa, y por otra, lo suficientemente cerca de la fuente como para garantizar que el decaimiento  $^{16}\text{N}$ , de apenas 7,13s, continuara.

Con el prototipo manual y teniendo en cuenta estas consideraciones la



distancia entre la fuente y el detector fue de 350mm. Sin embargo, en el diseño con el prototipo automático la distancia se incrementa a 450mm.

- g. Contenido de plomo entre el detector y la fuente de neutrones. La presencia de paredes de plomo en posiciones estratégicas en cualquier prototipo, puede llegar a reducir cuantiosamente la cantidad de rayos gamma que le llegan al detector.

La experiencia obtenida con la disposición de los ladrillos de plomo en el prototipo manual ha servido para mejorar el prototipo automático, de modo que se ha incrementado, la pared de plomo alrededor del detector y la pared entre el detector y la fuente.

- h. Disposición del detector respecto a la muestra. La posición del detector en el prototipo es fundamental si se quiere garantizar que toda la radiación que llega a él procede única y exclusivamente de la muestra previamente activada.



**Figura 106.** Guía del portamuestras del lado del detector. Detector en su soporte. La lámina deslizante hace de soporte del detector.

En el diseño con el prototipo manual, el detector se dispuso de modo que



el detector y la muestra estuvieran directamente en contacto. Para ello, la chapa de acero del tubo guía situada entre ambos fue recortada (Figura 106).

Con el prototipo automático, la muestra previamente activada no se encuentra en contacto directo con el detector, puesto que nos encontramos con:

1. 4,5 mm de espesor de la antigua guía del detector (chapa de acero) y,
2. 5mm de espesor de la guía del portamuestras.

#### **4.1.4 Funcionamiento del prototipo**

Con el prototipo automático las muestras se desplazan entre las posiciones de activación y de lectura de forma fiable y precisa, siendo estos tiempos característicos en cada experimento (ver apartado 5).

El procedimiento de operación puede incluir varias fases de activación y registro para un mismo tiempo de proceso, definido como proceso cíclico (Figura 107):

- Introducción de la muestra en el portamuestras.
- Desplazamiento del portamuestras hasta llegar a la posición de irradiación por medio del motor lineal Servotube.
- Irradiación de la muestra. La muestra permanece frente a la fuente durante un tiempo que se denomina tiempo de activación o de irradiación.
- Desplazamiento de la muestra hasta ser situada frente al detector.
- Lectura o registro de la muestra irradiada.



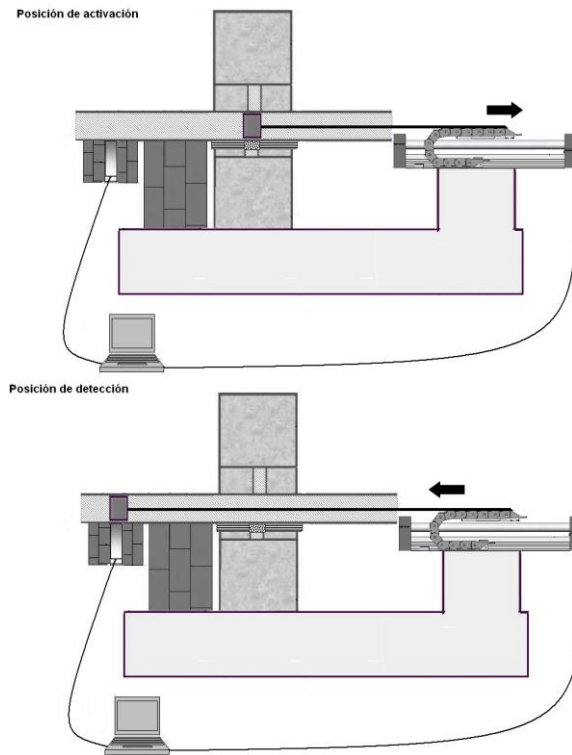


Figura 107. Posición de activación y posición de detección con el prototipo automático

## 4.2 Muestras de espatofluor (2011)

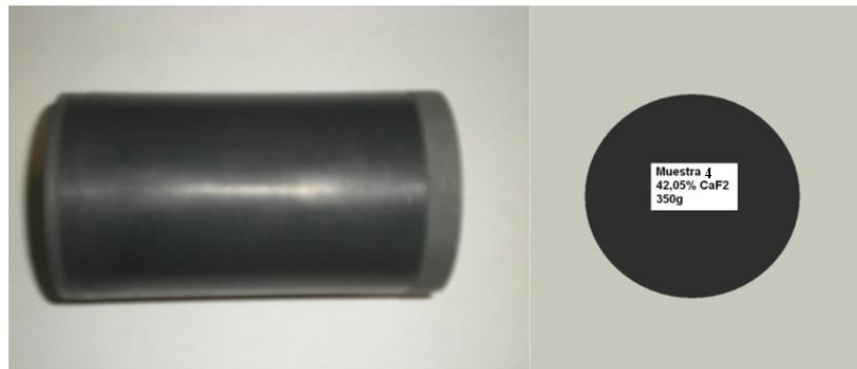
En los ensayos de activación realizados en esta tesis se emplearon varias muestras, todas ellas fueron proporcionadas por la empresa MINERSA. El objetivo principal de la recogida de las muestras es que fueran representativas de toda la planta de concentración, de modo que para su selección se barriaron todos los puntos de la planta. El resultado de este barrido es el mostrado en la Tabla 11.



**Tabla 11. Muestras empleadas en los análisis de activación de 2011.**

Nº de muestra	Ley CaF <sub>2</sub> (%)
Muestra 0	0
Muestra 1	2,28
Muestra 2	11,39
Muestra 3	27,05
Muestra 4	42,05
Muestra 5	59,92
Muestra 6	76,50
Muestra 7	90,98
Muestra 8	97,60

En esta ocasión y debido al diseño del prototipo descrito en el apartado 4.1.1, las muestras se dispusieron en un portamuestras diseñado con tubería de PVC de un volumen aproximado de 207cm<sup>3</sup>. Cada una de estas nueve muestras fueron introducidas en un portamuestras, y cada una de ellas está etiquetada tal y como se recoge en la Figura 108.



**Figura 108. Portamuestras para la muestra 4.**

Por otra parte, de la experiencia tenida de los ensayos realizados en 2007, se sabe que:

- se obtienen mayor número de cuentas aumentando la densidad de la muestra, mediante un proceso de compactación de la misma, y



- la cantidad de flúor es proporcional al tamaño de la muestra, por lo que si se aumenta la cantidad de flúor simultáneamente se incrementa la concentración de  $^{16}\text{N}$ .

Teniendo esto en cuenta, se ha intentado introducir en el portamuestras la mayor cantidad de fluorita posible, para lo cual de una forma manual, se ha compactado en la medida de lo posible cada una de las muestras descritas. Las cantidades máximas de fluorita que se han podido introducir en los portamuestras, varían notablemente según la concentración del mineral, tal y como se observa en la Tabla 12.

**Tabla 12. Relación ley-masa para las muestras escogidas de diferentes puntos de la planta de concentración.**

Nº de muestra	Concentración [%]	Peso [g]	Densidad [g/cm <sup>3</sup> ]
Muestra 0	0	-	-
Muestra 1	2,28	350	1,690433897
Muestra 2	11,39	400	1,931924454
Muestra 3	27,05	350	1,690433897
Muestra 4	42,05	350	1,690433897
Muestra 5	59,92	400	1,931924454
Muestra 6	76,50	380,5	1,837743137
Muestra 7	90,98	400	1,931924454
Muestra 8	97,60	400	1,931924454

Al objeto de estudiar la posible relación entre la concentración del mineral y la cantidad de finos, se ha realizado un estudio de la granulometría. En el laboratorio del lavadero de fluorita, se ha realizado un análisis granulométrico de las muestras mediante una tamizadora de aire (D200-AF). Los resultados de estos ensayos se muestran en la Tabla 13.



Tabla 13. Análisis granulométrico

Nº Muestra	>105µm	>75µm	>45µm	>25µm	<25µm	<45µm
Muestra 1	10,2	9,76	16,83	20,16	43,05	73,21
Muestra 2	13,88	8,17	12,04	30,7	35,21	65,91
Muestra 3	13,21	10,9	16,58	17,13	42,17	59,3
Muestra 4	4,33	6,88	11,99	18,23	58,57	76,8
Muestra 5	4,4	10,08	19,71	20,53	45,28	65,81
Muestra 6	4,81	9,17	15,92	18,65	51,44	70,09
Muestra 7	7,23	12,99	18,45	18,25	43,08	63,21
Muestra 8	4,33	11,21	18,37	19,46	46,63	66,09

A partir de estos datos se ha elaborado la Figura 109 en la que se representa el diámetro del tamiz respecto al % en peso cernido acumulado. Igualmente, y con el mismo fin, se ha podido representar el diámetro respecto al % en peso retenido acumulado. De ambos modos es posible determinar si existe una relación entre la cantidad de finos presente en la muestra y la ley de la misma.

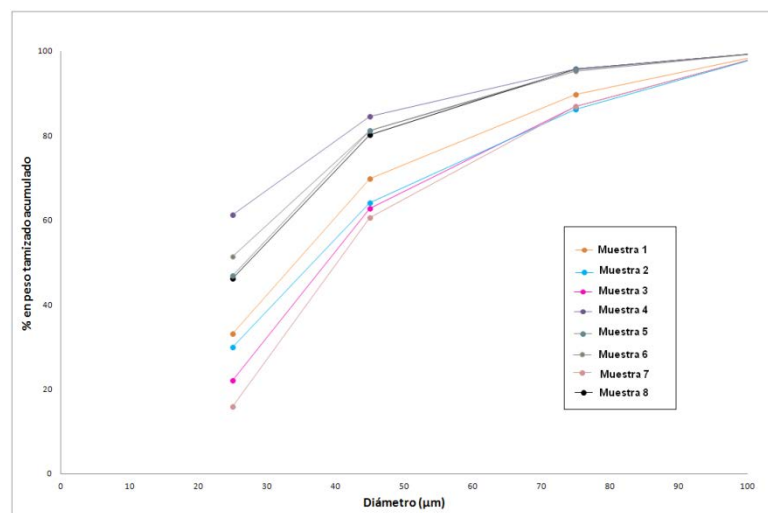


Figura 109. Influencia de la granulometría.



Si ordenamos las muestras de mayor a menor cantidad de finos según la gráfica de la Figura 109, obtenemos la Tabla 14.

**Tabla 14. Relación de finos en las muestras ensayadas**

>>>Mayor número de finos>>>>			....	<<<Menor número de finos<<<<		
Muestra 4 (42,05%)	Muestra 6 (76,50%)	Muestra 5 (59,92%)	Muestra 8 (97,60%)	Muestra 1 (2,28%)	Muestra 3 (27,05%)	Muestra 7 (90,98%)

Estos resultados, sirven para demostrar que la cantidad de finos presentes en una muestra, no está relacionada con el incremento de concentración de misma, y viceversa.

Desde el punto de vista de compactación, se sabe que cuanto mayor es la cantidad de finos presentes en la muestra, peor es la compactación de la misma. Sin embargo, a la vista de los resultados expuestos en la Figura 13, no se puede determinar en qué muestra se encontrará mayor cantidad de finos, puesto que se ha visto que esta cantidad no depende de la concentración de la misma. Tras indagar sobre este tema, se ha averiguado que durante el proceso de flotación los técnicos de la planta requieren añadir varios aditivos en diferentes proporciones dependiendo de diferentes parámetros de flotación. Posiblemente, es ésta proporción de aditivos la que hace que aparezcan más o menos finos en los diferentes puntos de la planta. Este hecho, hace que sea impredecible la masa compactada en cada portamuestras.

Llegados a este punto, se optó por introducir en todos los portamuestras la misma cantidad de masa. Puesto que en los casos más desfavorables, es decir, donde la presencia de finos era mayor y por tanto su compactación peor, los portamuestras permitían ser rellenados con un máximo de 350g, se decidió que fuera precisamente esta la cantidad de referencia.

La Tabla 15 resume las muestras empleadas durante estos ensayos.



**Tabla 15. Muestras empleadas en los análisis de activación de 2011.**

Denominación de la muestra	Ley $\text{CaF}_2$ (%)	Peso (g)
Muestra 0	0	350
Muestra 1	2,28	350
Muestra 2	11,39	350
Muestra 3	27,05	350
Muestra 4	42,05	350
Muestra 5	59,92	350
Muestra 6	76,50	350
Muestra 7	90,98	350
Muestra 8	97,60	350

### 4.3 Diseño de los experimentos (2011)

Se diseñan los experimentos agrupados en series de forma que cubran los siguientes objetivos:

- Comprobar el grado de mejora respecto al uso del nuevo dispositivo.
- Comprobar el grado de mejora respecto al uso del detector BGO
- Comprobar el grado de mejora respecto al procedimiento de activación cíclica.
- Comprobar el error en la medida y su relación con la ley
- Comprobar el grado de ajuste de los resultados experimentales a las previsiones según el modelo teórico publicado en la tesis anterior.
- Determinar las condiciones experimentales más adecuadas.
- Diseñar un nuevo procedimiento de activación con ciclos desiguales, llamado ciclo asimétrico. Analizar el modelo teórico y realizar medidas para comprobar el grado de aproximación al modelo teórico.



## 5 RESULTADOS EXPERIMENTALES (2011)

Se han realizado, 416 análisis de activación neutrónica realizados en esta tesis. Estos análisis se han realizado sobre 8 muestras con distintas leyes de flúor y sobre una muestra en blanco (sin mineral), dando lugar a un espectro del fondo, en un total de 52 experimentos diferentes. Los experimentos se han agrupado en 8 series diferentes que se enumeran a continuación, según los objetivos de los experimentos.

- Serie 1. Todos los experimentos de esta serie son de un único ciclo de activación y lectura, pero se han utilizado distintos tipos de detectores. El objetivo de esta serie es valorar la mejora que ha supuesto el uso de los detectores BGO frente a los anteriores de NaI y comparar los resultados con el dispositivo actual respecto a los resultados con el dispositivo anterior. Por otra parte, cada uno de estos experimentos se ha repetido tres veces, para comprobar los errores de medida.

Tabla 16. Ensayos de la serie 1.

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	tl (s)	Detector	MCA	Ensayos de repetitividad
Experimento 1-2011	145	300	1	120	25	NaI	Osprey	3
Experimento 2-2011	85	300	1	60	25	NaI	Osprey	3
Experimento 3-2011	145	300	1	120	25	BGO	Unispec	3
Experimento 4-2011	85	300	1	60	25	BGO	Unispec	3

- Serie 2. Los tres experimentos de esta serie se han realizado con detector de BGO y con varios ciclos de activación y lectura. Esta serie permite determinar la influencia del aumento de número de ciclos, pero también los errores de medida. Por ello, se ha repetido cada experimento tres veces.



**Tabla 17. Ensayos de la serie 2.**

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	tl (s)	Detector	MCA	Ensayos de repetitividad
Experimento 5-2011	100	325	4	12,175	12,175	BGO	Osprey	3
Experimento 6-2011	210	325	8	12,8	12,8	BGO	Osprey	3
Experimento 7-2011	350	325	13	13,136	13,136	BGO	Osprey	3

- Serie 3. Son experimentos monocíclicos realizados con detectores de NaI y BGO, y permiten comprobar hipótesis planteadas anteriormente, en relación con la resolución del detector BGO y respecto a la mejora de la respuesta si se usa igual tiempo de activación y lectura.

**Tabla 18. Ensayos de la serie 3.**

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	tl (s)	Detector	MCA
Experimento 8-2011	145	300	1	72,5	72,5	NaI	Osprey
Experimento 9-2011	85	300	1	42,5	42,5	NaI	Osprey
Experimento 10-2011	145	300	1	72,5	72,5	BGO	Osprey
Experimento 11-2011	85	300	1	42,5	42,5	BGO	Osprey

- Serie 4. En este experimento se ha utilizado el mismo tiempo de proceso, el mismo detector y el mismo tiempo de desplazamiento que en el experimento 5, pero el reparto entre el tiempo de activación y de lectura de cada ciclo responde a una distribución asimétrica. El proceso asimétrico se estudiará en el apartado 6.8, y se define por un tiempo de activación para el primer ciclo de  $ta+tx$ , mientras que para el resto de ciclos el tiempo de activación es de  $ta$ , y un tiempo de lectura de  $tl$ .

**Tabla 19. Ensayos de la serie 4.**

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta+tx (s)	tre (s)	tl (s)	Detector	MCA
Experimento 12-2011	100	325	4	17,860	16,04	16,720	BGO	Osprey

- Serie 100. Son experimentos con un número de ciclos creciente desde 1 hasta 50, realizado con un tiempo de proceso de  $T(s)=100s$  y un tiempo de





desplazamiento de 0,325s. El detector es del tipo BGO. Esta serie permite comprobar la evolución del espectro recogido al activar las muestras según el número de ciclos, para este tiempo total de proceso.

**Tabla 20. Ensayos de la serie 100.**

Denominación	T(s)	td(ms)	n	ta(s)	tl(s)	Detector	MCA
Experimento 13-2011	100	325	1	49,675	49,675	BGO	Osprey
Experimento 14-2011	100	325	2	24,675	24,675	BGO	Osprey
Experimento 15-2011	100	325	3	16,341	16,341	BGO	Osprey
Experimento 16-2011	100	325	4	12,175	12,175	BGO	Osprey
Experimento 17-2011	100	325	5	9,675	9,675	BGO	Osprey
Experimento 18-2011	100	325	6	8,008	8,008	BGO	Osprey
Experimento 19-2011	100	325	7	6,817	6,817	BGO	Osprey
Experimento 20-2011	100	325	8	5,925	5,925	BGO	Osprey
Experimento 21-2011	100	325	13	3,521	3,521	BGO	Osprey
Experimento 22-2011	100	325	20	2,175	2,175	BGO	Osprey
Experimento 23-2011	100	325	50	0,675	0,675	BGO	Osprey

- Serie 200. Son experimentos con un número de ciclos creciente desde 1 hasta 50, realizado con un tiempo de proceso de  $T(s)=200s$  y un tiempo de desplazamiento de 0,325s. El detector es del tipo BGO. Esta serie permite comprobar la evolución del espectro recogido al activar las muestras según el número de ciclos, para este tiempo total de proceso y el grado de mejora respecto a la utilización del tiempo de proceso de la serie 100.



Tabla 21. Ensayos de la serie 200.

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	tl (s)	Detector	MCA
Experimento 24-2011	200	325	1	99,675	99,675	BGO	Osprey
Experimento 25-2011	200	325	2	49,675	49,675	BGO	Osprey
Experimento 26-2011	200	325	3	33,008	33,008	BGO	Osprey
Experimento 27-2011	200	325	4	24,675	24,675	BGO	Osprey
Experimento 28-2011	200	325	5	19,675	19,675	BGO	Osprey
Experimento 29-2011	200	325	6	16,341	16,341	BGO	Osprey
Experimento 30-2011	200	325	7	13,96	13,96	BGO	Osprey
Experimento 31-2011	200	325	8	12,175	12,175	BGO	Osprey
Experimento 32-2011	200	325	13	7,36	7,36	BGO	Osprey
Experimento 33-2011	200	325	20	4,675	4,675	BGO	Osprey
Experimento 34-2011	200	325	50	1,675	1,675	BGO	Osprey

- Serie 300. Son tres experimentos con un número de ciclos creciente desde 13 hasta 50, realizado con un tiempo de proceso de  $T(s)=300s$ , un tiempo de desplazamiento de 0,325s. El detector es del tipo BGO. Esta serie permite comprobar la evolución del espectro recogido al activar las muestras según el número de ciclos, para este tiempo total de proceso y el grado de mejora respecto a la utilización del tiempo de proceso de las series 100 y 200.

Tabla 22. Ensayos de la serie 300.

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	tl (s)	Detector	MCA
Experimento 35-2011	300	325	13	11,213	11,213	BGO	Osprey
Experimento 36-2011	300	325	20	7,175	7,175	BGO	Osprey
Experimento 37-2011	300	325	50	2,675	2,675	BGO	Osprey

- Serie 8. Es un único experimento con 13 ciclos realizado con un tiempo de proceso de  $T(s)=300s$ , un tiempo de desplazamiento de 0,325s., pero en el que el detector es de NaI. Este experimento permite contrastar la diferencia entre el uso de un detector de NaI y otro de BGO con un número de ciclos elevado.



**Tabla 23. Ensayo de la serie 8.**

Denominación	T (s)	td (ms)	n	ta (s)	t/ (s)	Detector	MCA
Experimento 38-2011	300	325	13	11,213	11,213	NaI	Osprey

A continuación, se describen uno a uno las características de los diferentes experimentos. Se muestran los resultados en forma de gráficas en las que el eje horizontal expresa la energía de la radiación gamma recogida por el detector y en el eje de ordenadas se aprecia el número de cuentas correspondiente a cada energía. En cada gráfica aparecen los espectros de las 7 muestras de fluorita de distintas leyes, y el espectro del fondo. Los resultados obtenidos en todos los experimentos se detallan en el **ANEXO I.1**.

## 5.1 Serie 1

### 5.1.1 Experimento 1-2011

Este experimento es el primero de una serie de 4 realizados bajo la denominación de “*Ensayos de la serie I*”. Las principales características comunes a todos los experimentos realizados en la Serie 1 son que emplean un único ciclo y un tiempo de desplazamiento de 300ms. Este experimento se ha repetido tres veces y la representación corresponde al primer análisis.

Este experimento monociclo supone un tiempo total de proceso de 145s, con un tiempo de activación de 120s y un tiempo de lectura de 25s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras entre la posición de activación y lectura es de 0,3s. Los análisis se realizan mediante un detector 2”x2” de NaI(Tl) y un multicanal Osprey (Figura 110).

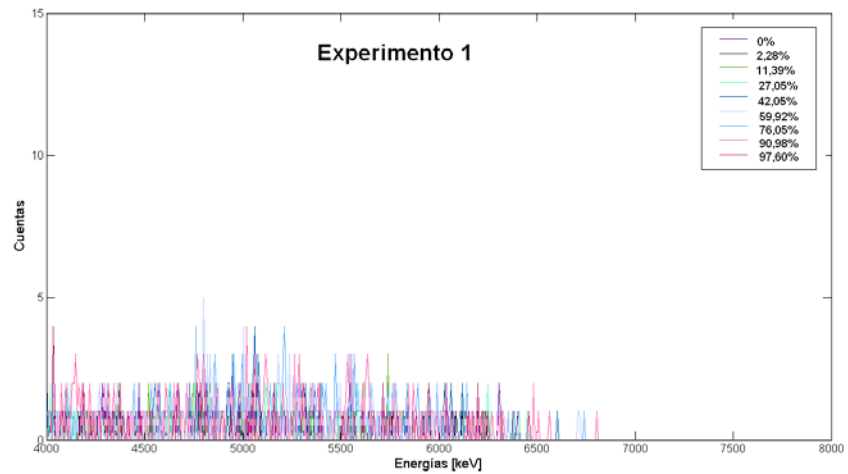


Figura 110. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 1-2011.

### 5.1.2 Experimento 2-2011

Para llevar a cabo este experimento de un ciclo se utiliza un detector de NaI(Tl) junto con el multicanal Osprey. El tiempo total de proceso supone 85s, de los cuales 1 minuto sirve para activar la muestra, 0,3s para desplazar la muestra entre posiciones y 25s para realizar el registro de la radiación (Figura 111). Este experimento se ha repetido, como en el caso anterior, tres veces.

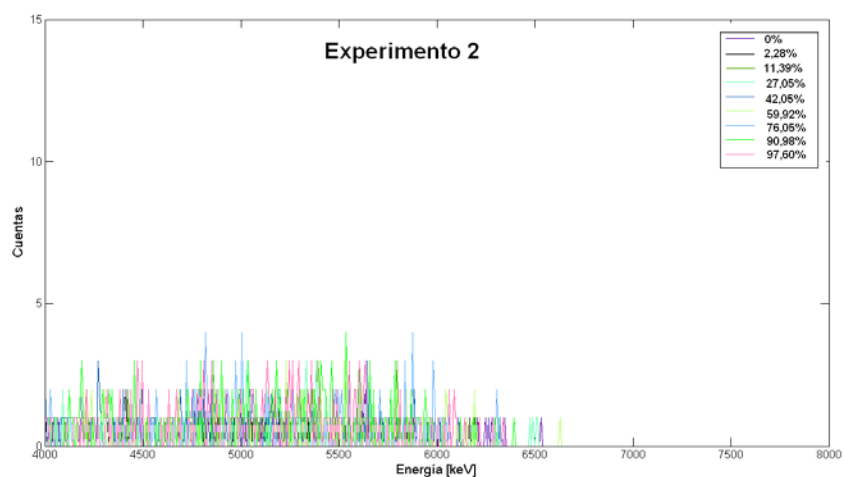


Figura 111. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 2-2011.



### 5.1.3 Experimento 3-2011

Este experimento de un único ciclo, se ejecuta con un tiempo de activación de 120s, 25s de lectura y un tiempo de desplazamiento de 0,3s. El proceso supone un total de 145s.

Según las características del proceso, es decir, los tiempos necesarios para realizar el mismo, se puede pensar que este ensayo es una repetición del Experimento 1-2011, la única diferencia entre ambos radica en el tipo de detector utilizado, ya que en este caso, se emplea un detector BGO y un multicanal Unispec, mientras que en el ensayo anterior se utiliza un detector de NaI(Tl) con un multicanal Osprey. El experimento se ha repetido tres veces.

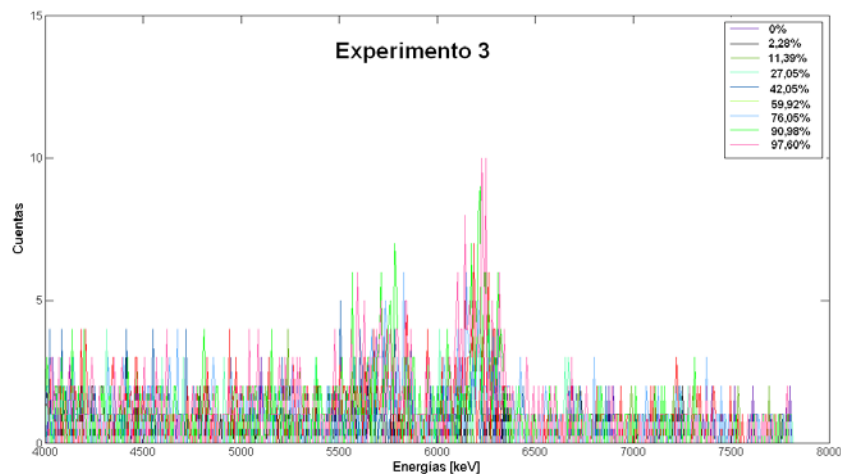


Figura 112. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 3-2011.

### 5.1.4 Experimento 4-2011

En este ensayo se ejecuta un ciclo con un tiempo de proceso de 85s, de los cuales 1minuto es requerido para la activación de la muestra, 25s para la lectura, y 0,3s para el desplazamiento de la muestra. El ensayo se diferencia del Experimento 2-2007 por el uso de un detector BGO y un multicanal Unispec. También se ha repetido tres veces este experimento.

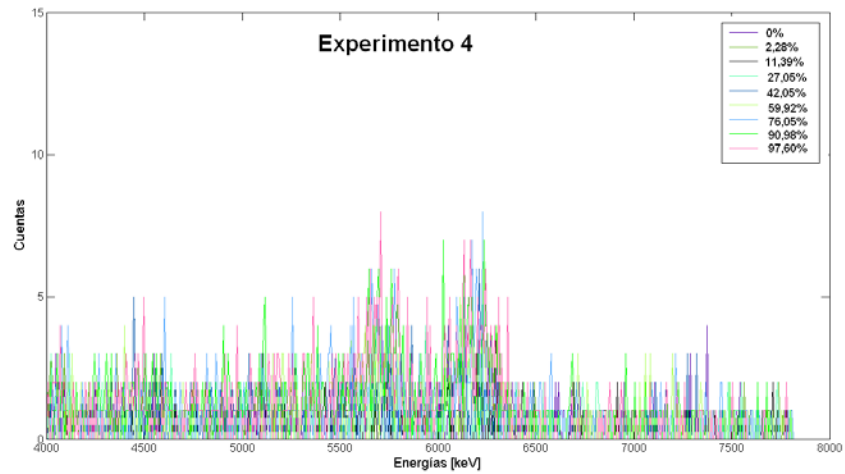


Figura 113. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 4-2011.

## 5.2 Serie 2

### 5.2.1 Experimento 5-2011

Este es el primero de una serie de tres experimentos simétricos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 2*”. La característica común de estos experimentos es la de tener tiempos de activación y lectura iguales, así como un tiempo de desplazamiento de 325ms.

Para llevar a cabo este experimento se emplea un tiempo de proceso de 100s en los cuales se ejecutan 4 ciclos idénticos. En cada ciclo, se requiere de 12,175s para activar la muestra, 0,325s para desplazarla y 12,175s para detectar el número de cuentas con un detector BGO y un multicanal Osprey. Este experimento se ha repetido tres veces.

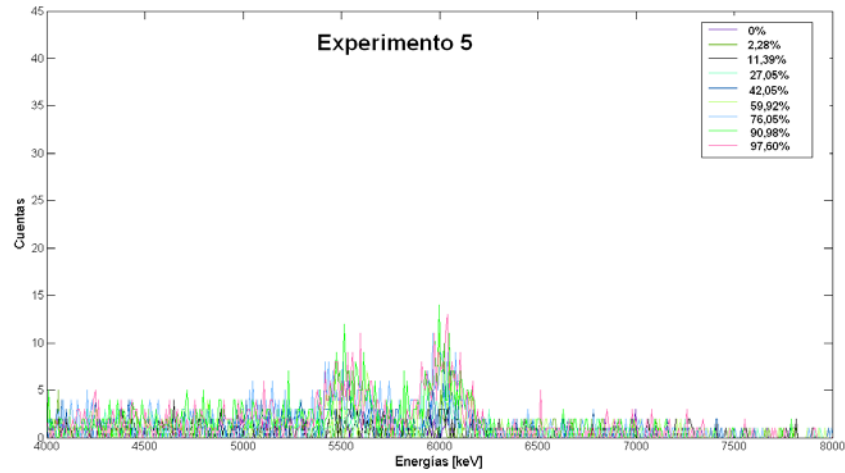


Figura 114. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 5-2011.

## 5.2.2 Experimento 6-2011

Se presenta un experimento de ciclos simétricos, donde el tiempo de activación y conteo es el mismo. El tiempo de proceso es de 210s, distribuidos en 8 ciclos, con un tiempo de activación y lectura de 12,8s. El tiempo necesario para trasladar la muestra entre posiciones es de 0,325s y el experimento se ha repetido tres veces.

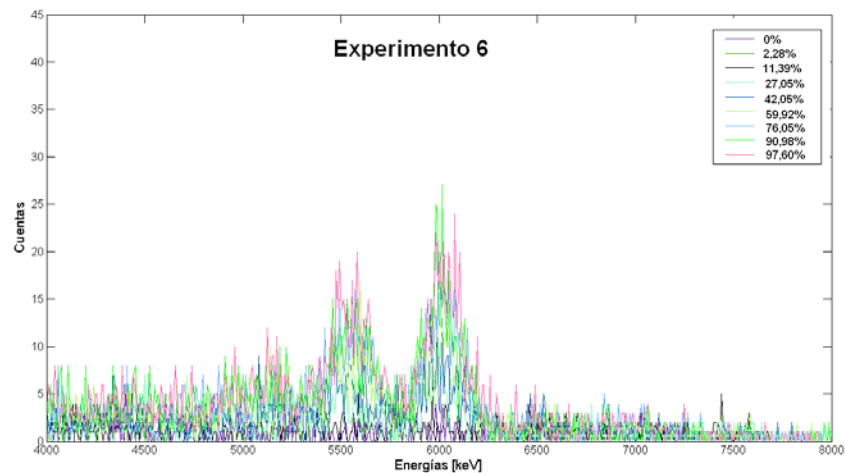


Figura 115. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 6-2011.



### 5.2.3 Experimento 7-2011

Este experimento supone la ejecución de tiempos de activación y lectura simétricos. La diferencia entre este proceso y los dos anteriores radica en el tiempo de proceso empleado de 350s. Durante este tiempo se ejecuta un total de 13 ciclos, con tiempos de activación y lectura de 13,136s, y un tiempo de desplazamiento de 0,325s. El experimento se ha repetido tres veces.

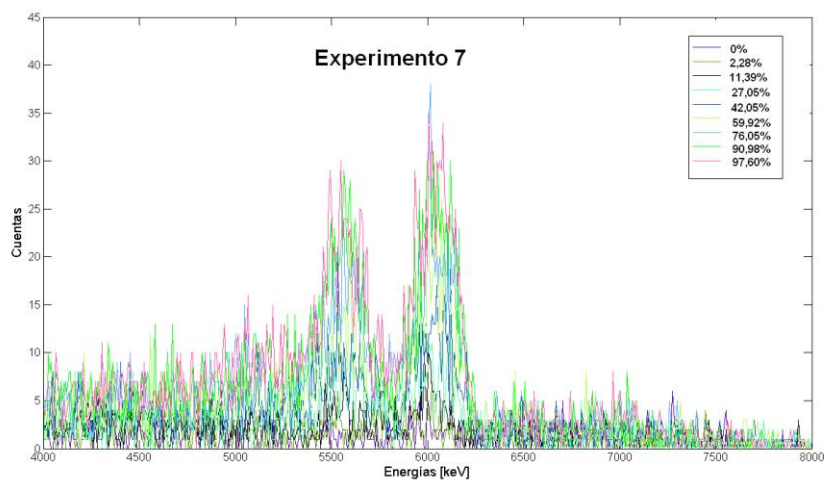


Figura 116. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 7-2011.

## 5.3 Serie 3

### 5.3.1 Experimento 8-2011

Este es el primero de una serie de cuatro experimentos monociclos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 3*”. La característica común de estos experimentos es ser ejecutados en un único ciclo, con tiempos de activación y lectura iguales, y además emplear un tiempo de desplazamiento de 325ms.

Se trata de un experimento simétrico formado por un único ciclo con tiempos de activación y lectura de 72,5s, y un tiempo de desplazamiento de 300ms. Los





experimentos se han llevado a cabo con un detector de NaI y un multicanal Osprey.

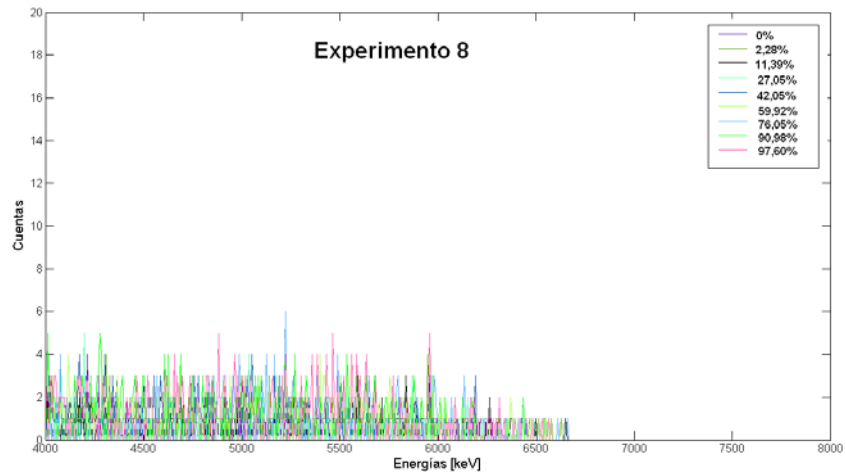


Figura 117. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 8-2011.

### 5.3.2 Experimento 9-2011

Se trata de un experimento monociclo simétrico con unos tiempos de activación y lectura iguales a 42,5s. El tiempo de desplazamiento es de 300ms.

Se ha realizado los experimentos con un detector de NaI y un multicanal Osprey.

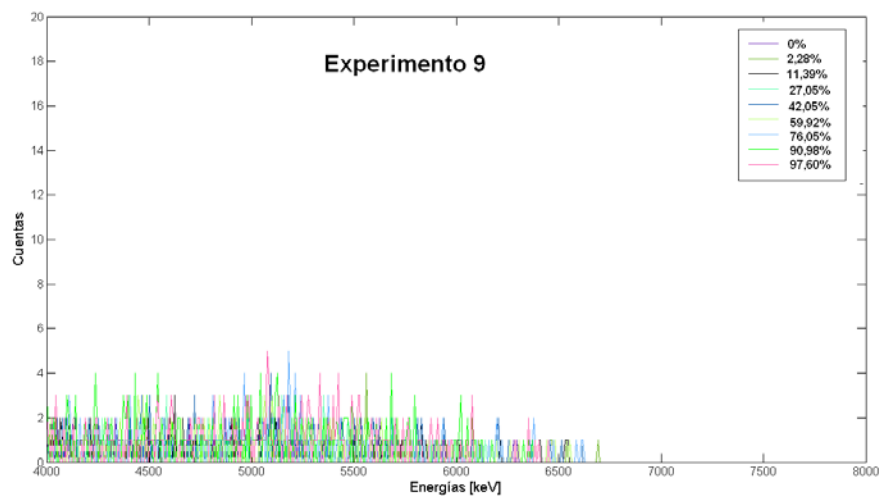


Figura 118. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 9-2011.



### 5.3.3 Experimento 10-2011

Se trata de un experimento monociclo simétrico con unos tiempos de activación y lectura iguales a 72,5s. El tiempo de desplazamiento es de 300ms.

Se ha realizado los experimentos con un detector de BGOy un multicanal Osprey.

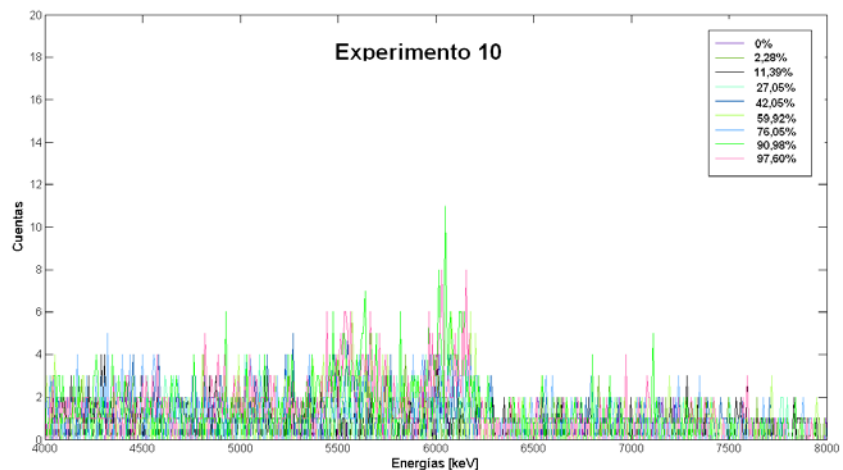


Figura 119. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 10-2011.

### 5.3.4 Experimento 11-2011

Se trata de un experimento monociclo simétrico con unos tiempos de activación y lectura iguales a 42,5s. El tiempo de desplazamiento es de 300ms mientras que el tiempo de proceso es de 85s.

Los experimentos se han realizado con un detector BGO y un multicanal Osprey.

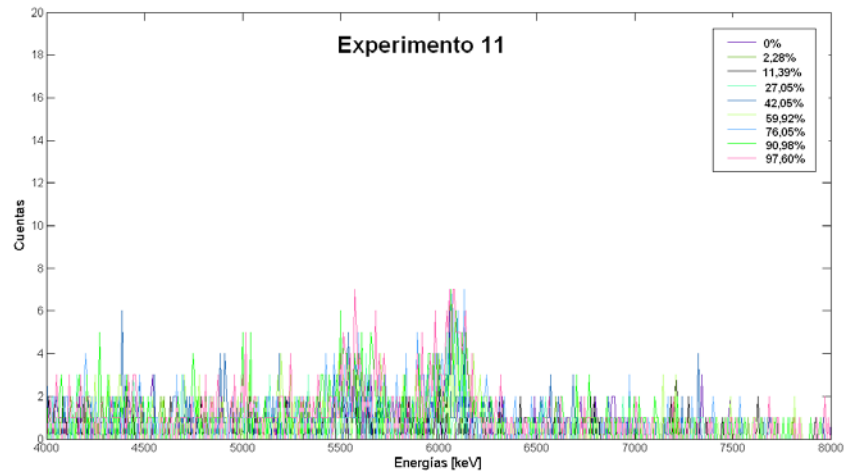


Figura 120. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 11-2011.

## 5.4 Serie 4

### 5.4.1 Experimento 12-2011

Este experimento se ha realizado bajo unas condiciones de activación y lectura diferentes al resto de ensayos, puesto que se ha empleado un proceso asimétrico para su ejecución. Como resultado, los tiempos de activación y lectura fueron calculados para obtener el mayor número de cuentas durante el registro. Este experimento se encuentra definido bajo la denominación de “*Ensayos de la serie 4*”.

Este experimento está compuesto de 4 ciclos asimétricos, donde el tiempo de activación del primer ciclo, denominado  $t_a+t_x$  es de 17,860s, el tiempo de activación del resto de ciclos, denominado  $t_a$  es de 16,04s, y el tiempo de lectura es de 16,720s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Para llevar a cabo los experimentos, se ha empleado un detector BGO y un multicanal Osprey.

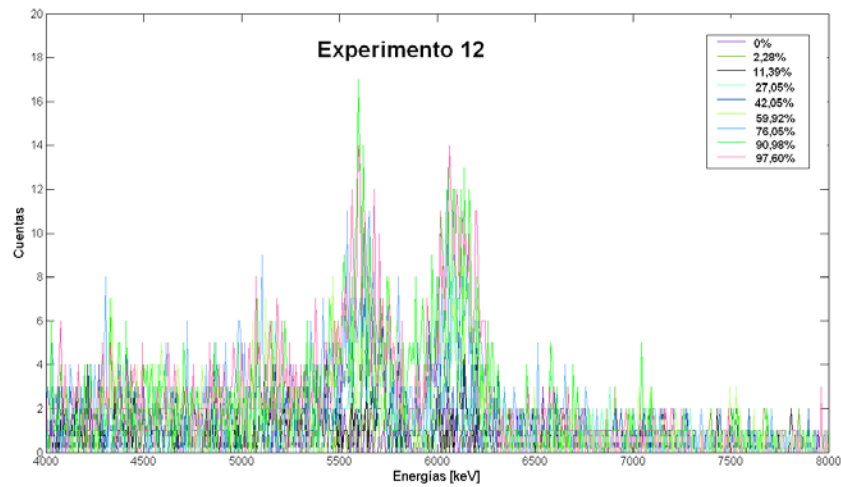


Figura 121. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 12-2011.

## 5.5 Serie 100

### 5.5.1 Experimento 13-2011

Este experimento es el primero de una tanda de once experimentos cíclicos denominados “*Ensayos de la serie 100*”. Todos estos experimentos se han realizado bajo el mismo tiempo de proceso y tiempos de desplazamiento de 325ms, la peculiaridad reside en la variación progresiva del número de ciclos.

En este primer caso, se realiza un proceso monociclo que supone un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 49,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

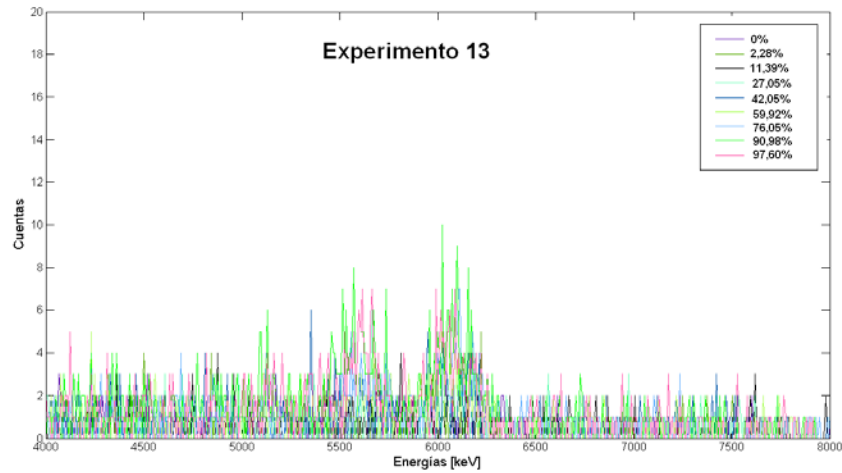


Figura 122. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 13-2011.

### 5.5.2 Experimento 14-2011

Se trata de un experimento de dos ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 24,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

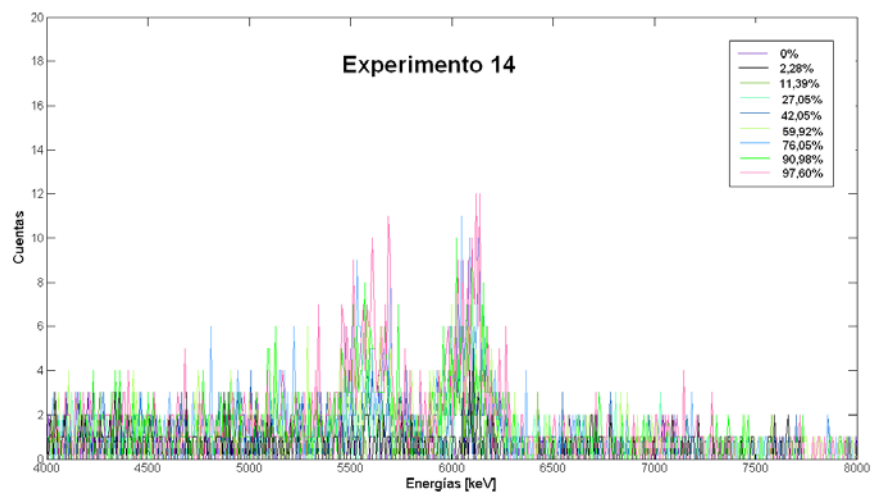


Figura 123. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 14-2011.



### 5.5.3 Experimento 15-2011

Se trata de un experimento de tres ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 16,341s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

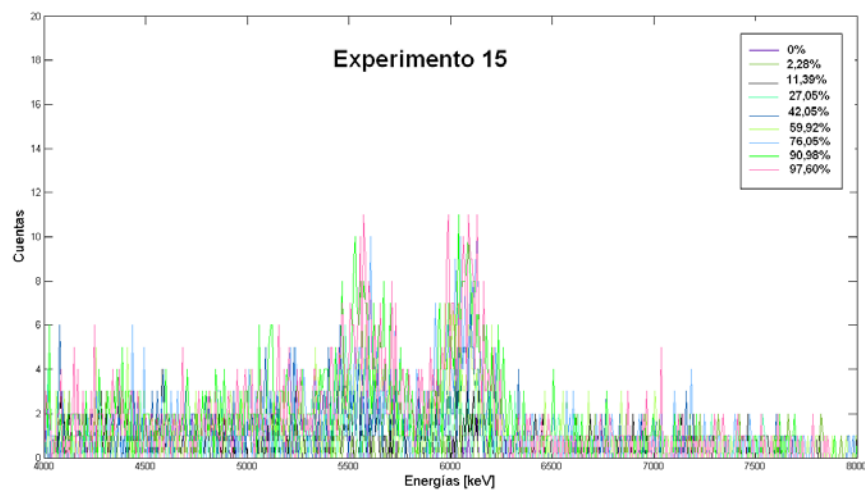


Figura 124. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 15-2011.

### 5.5.4 Experimento 16-2011

Se trata de un experimento de cuatro ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 12,175s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

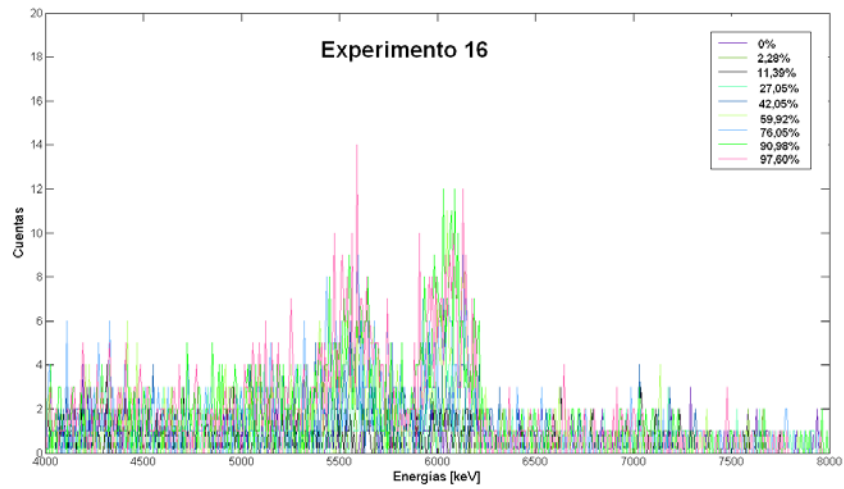


Figura 125. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 16-2011.

### 5.5.5 Experimento 18-2011

Se trata de un experimento de seis ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 8,008s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

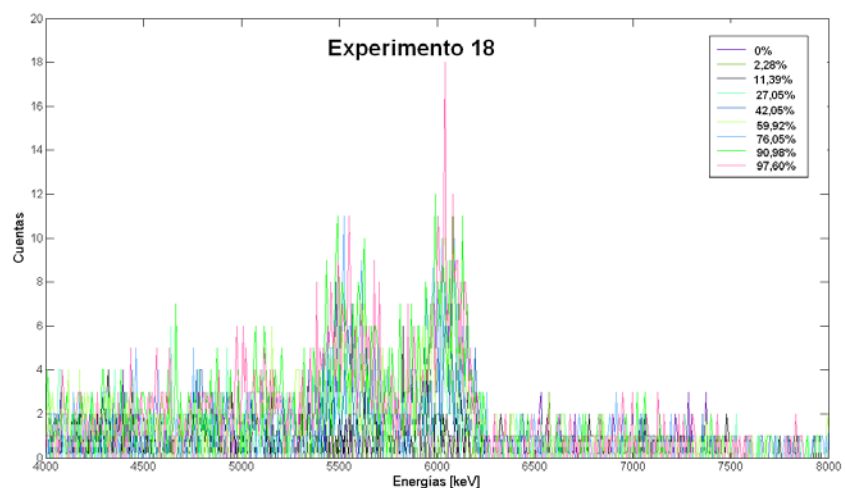


Figura 126. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 18-2011.



### 5.5.6 Experimento 17-2011

Se trata de un experimento de cinco ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 9,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

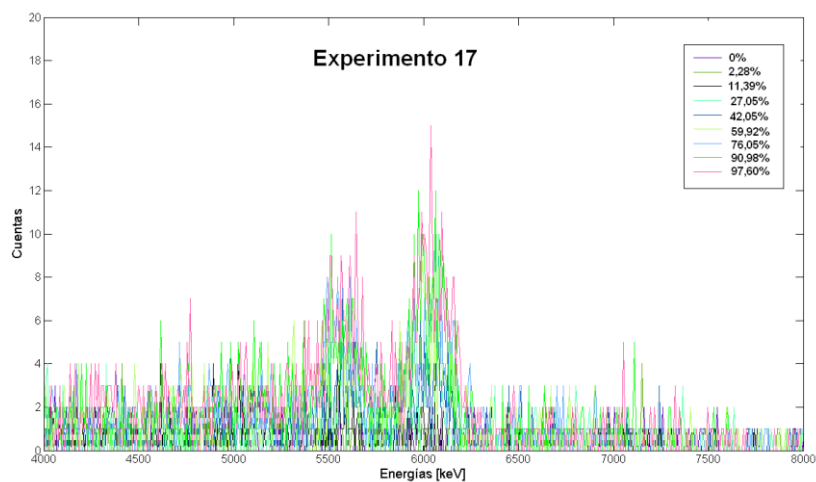


Figura 127. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 17-2011.

### 5.5.7 Experimento 19-2011

Se trata de un experimento de siete ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 6,817s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.



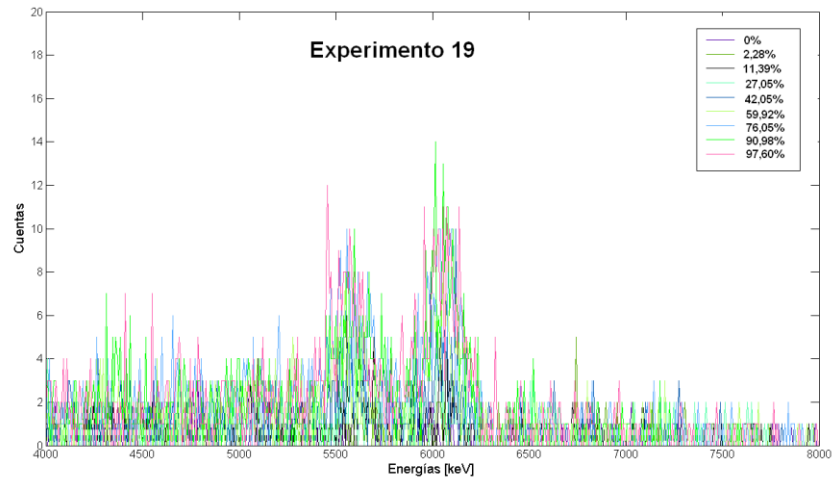


Figura 128. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 19-2011.

### 5.5.8 Experimento 20-2011

Se trata de un experimento de ocho ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 5,925s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

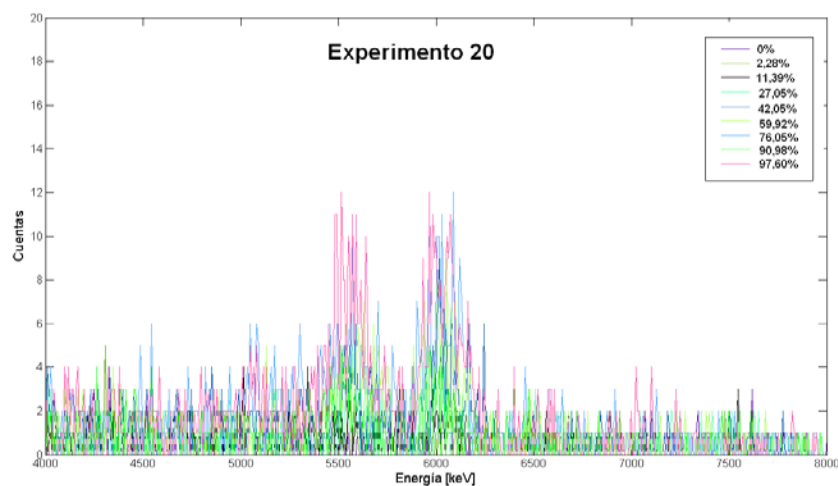


Figura 129. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 20-2011.



### 5.5.9 Experimento 21-2011

Se trata de un experimento de trece ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 3,521s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

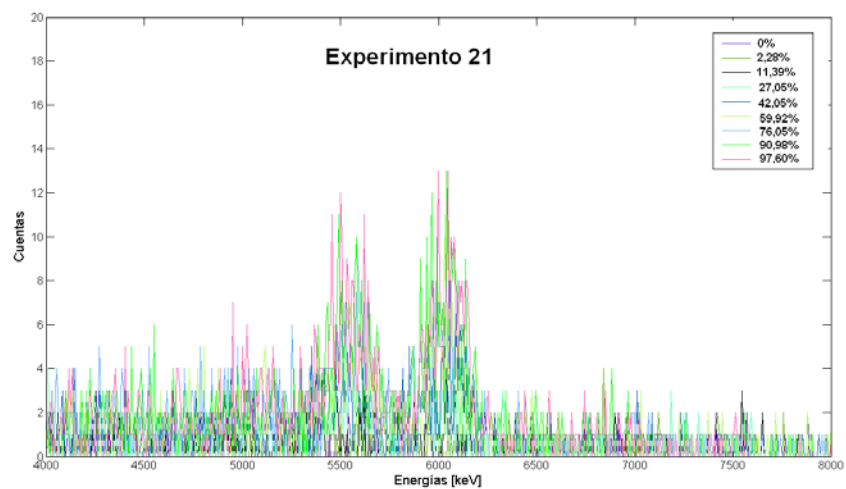


Figura 130. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 21-2011.

### 5.5.10 Experimento 22-2011

Se trata de un experimento de veinte ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 3,175s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

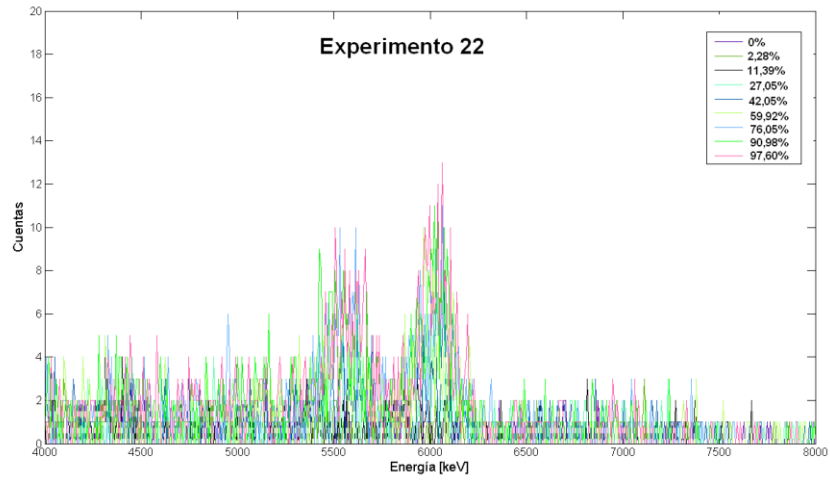


Figura 131. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 22-2011.

### 5.5.11 Experimento 23-2011

Se trata de un experimento de cincuenta ciclos realizados con un tiempo de proceso de 100s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 0,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

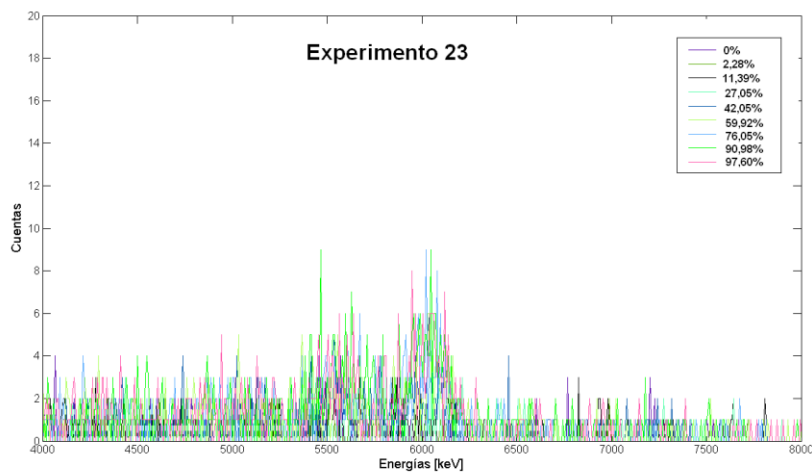


Figura 132. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 23-2011.



## 5.6 Serie 200

### 5.6.1 Experimento 24-2011

Este es el primero de una serie de once experimentos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 200*”. Los experimentos que se han realizado en esta serie tienen en común el tiempo de proceso de 200s, el tiempo de desplazamiento de 325ms y la simetría en los tiempos de activación y lectura. Además en todos ellos, se ha empleado el mismo detector y multicanal.

En este experimento se ha llevado a cabo un único ciclo realizado con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 99,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

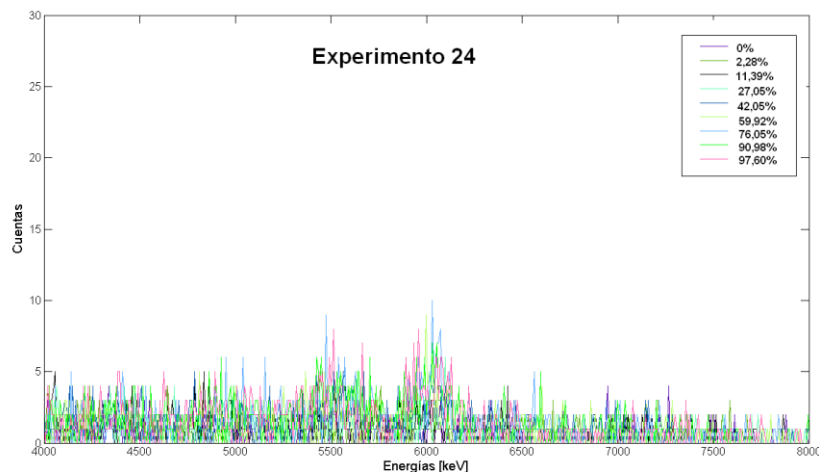


Figura 133. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 24-2011.



## 5.6.2 Experimento 25-2011

En este experimento se ha llevado a cabo dos ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 49,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

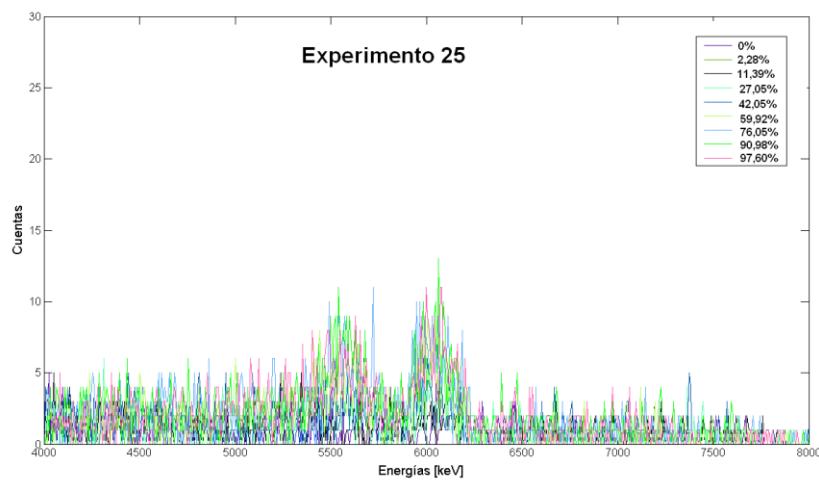


Figura 134. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 25-2011.

## 5.6.3 Experimento 26-2011

En este experimento se ha llevado a cabo tres ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 33,008s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

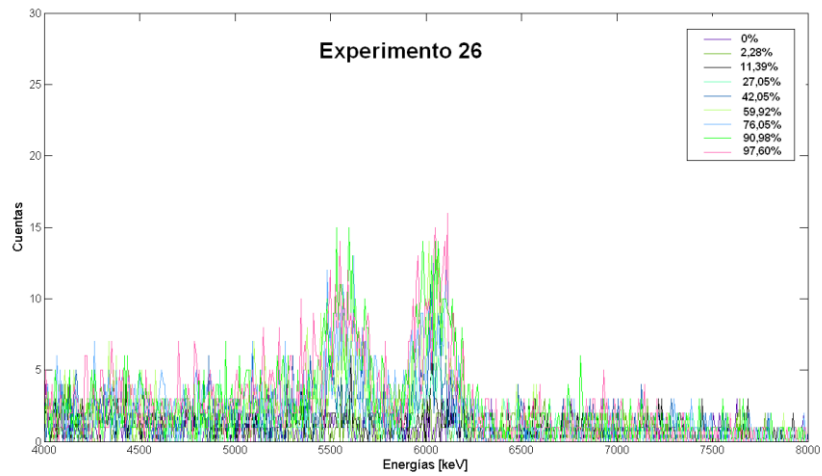


Figura 135. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 26-2011.

#### 5.6.4 Experimento 27-2011

En este experimento se ha llevado a cabo cuatro ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 24,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

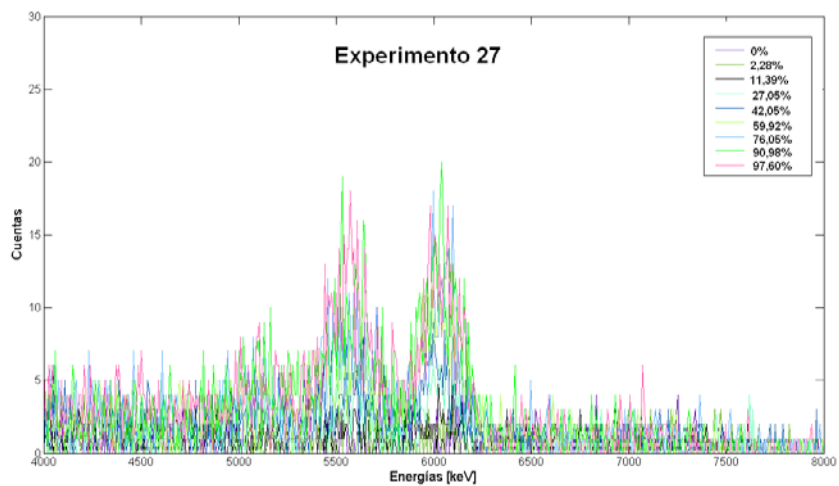


Figura 136. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 27-2011.



Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

### 5.6.5 Experimento 28-2011

En este experimento se ha llevado a cabo cinco ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 19,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

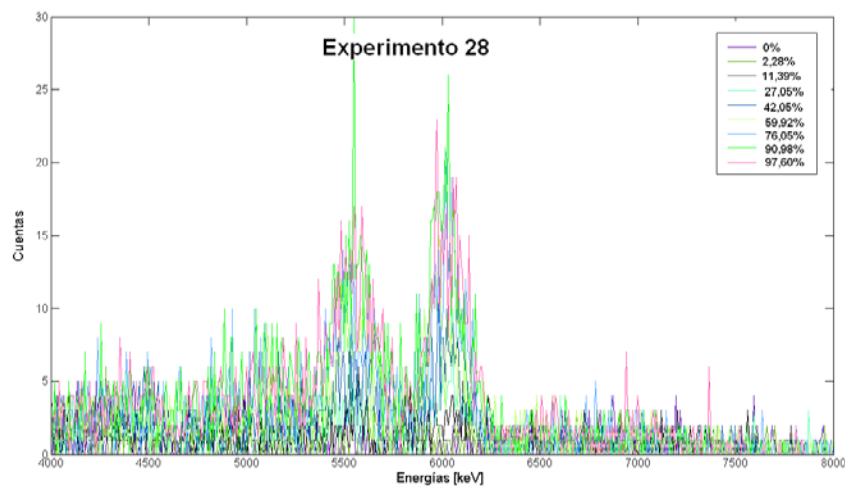


Figura 137. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 28-2011.

### 5.6.6 Experimento 29-2011

En este experimento se ha llevado a cabo seis ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 16,341s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

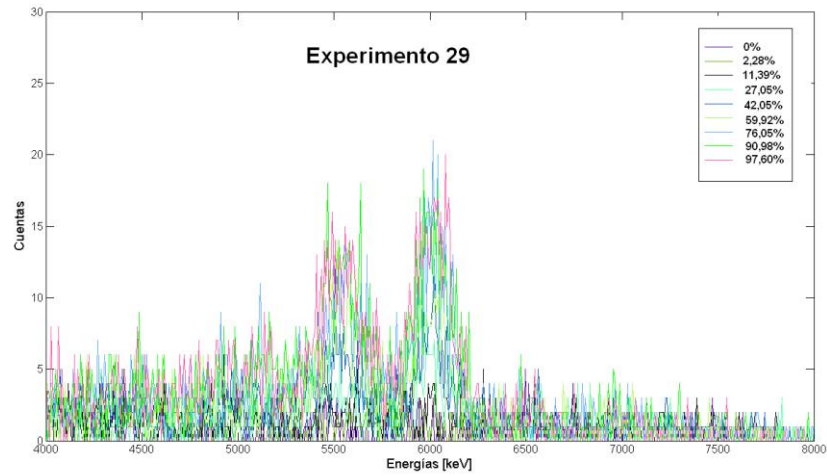


Figura 138. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 29-2011.

### 5.6.7 Experimento 30-2011

En este experimento se ha llevado a cabo siete ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 13,96s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

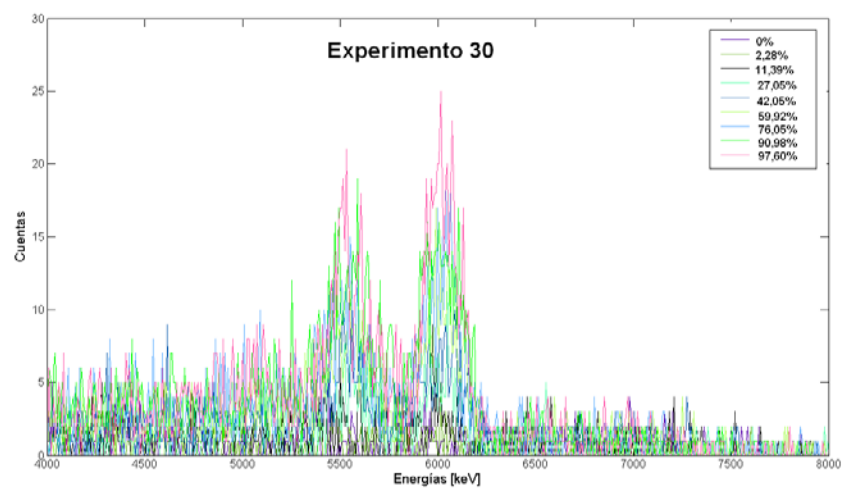


Figura 139. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 30-2011.





### 5.6.8 Experimento 31-2011

En este experimento se ha llevado a cabo ocho ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 12,175s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

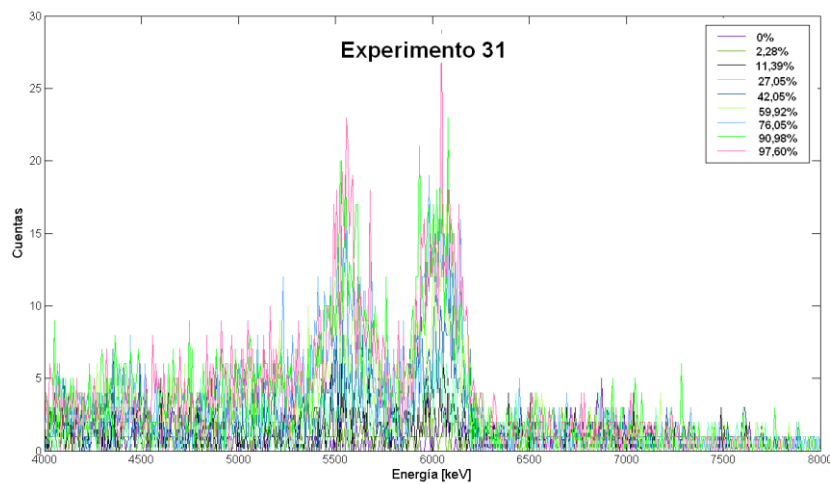


Figura 140. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 31-2011.

### 5.6.9 Experimento 32-2011

En este experimento se ha llevado a cabo trece ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 7,36s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

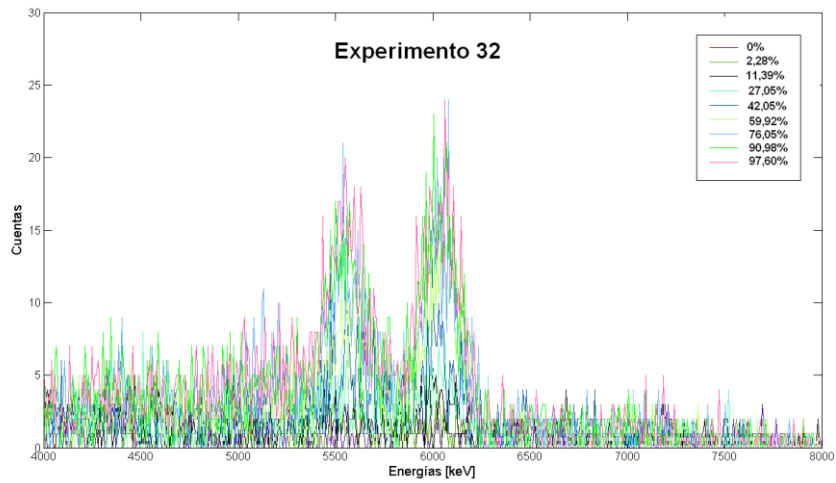


Figura 141. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 32-2011.

### 5.6.10 Experimento 33-2011

En este experimento se ha llevado a cabo veinte ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 4,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

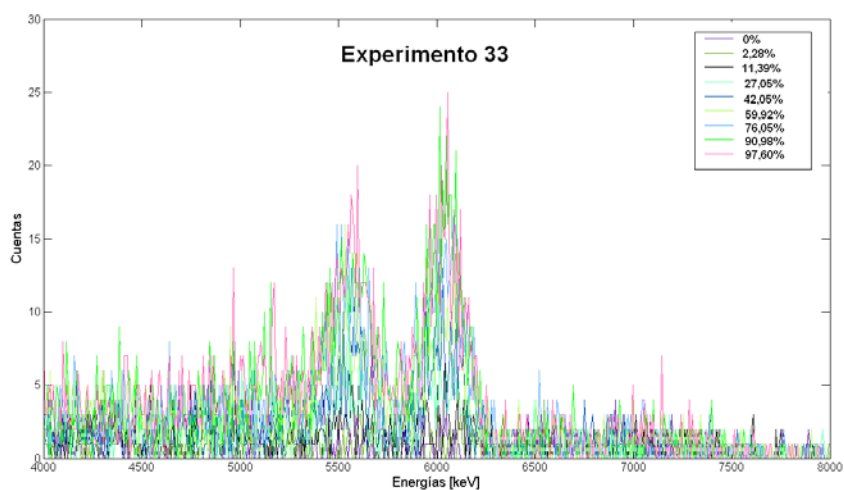


Figura 142. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 33-2011.



### 5.6.11 Experimento 34-2011

En este experimento se ha llevado a cabo cincuenta ciclos realizados con un tiempo de proceso de 200s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 1,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

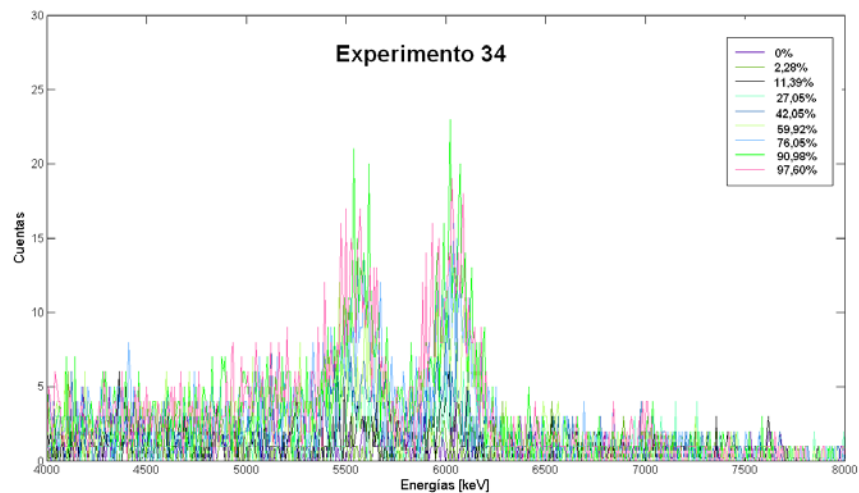


Figura 143. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 34-2011.

## 5.7 Serie 300

### 5.7.1 Experimento 35-2011

Este es el primero de una serie de tres experimentos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 300*”. Los experimentos que se han realizado en esta serie tienen en común el tiempo de proceso de 300s, el tiempo de desplazamiento de 325ms y la simetría en los tiempos de activación y lectura. Además en todos ellos, se ha empleado el mismo detector y multicanal.



En este experimento se han realizados trece ciclos con un tiempo de proceso de 300s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 11,213s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

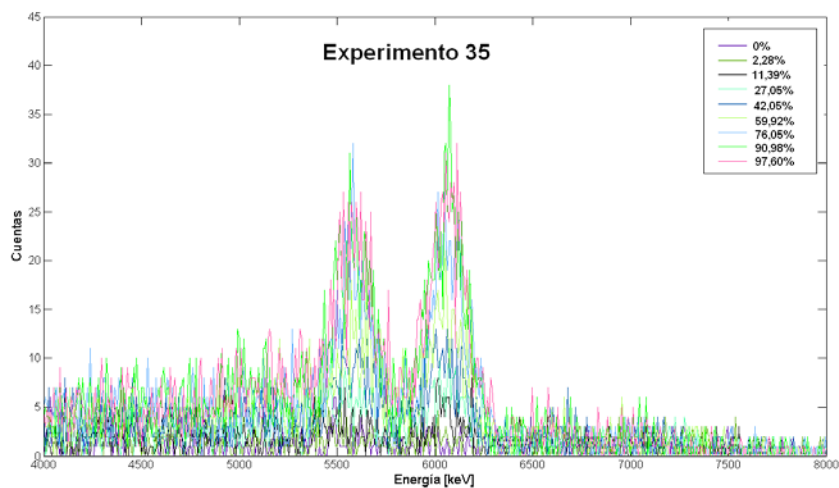


Figura 144. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 35-2011.

### 5.7.2 Experimento 36-2011

Este es el segundo de una serie de tres experimentos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 300*”. En este experimento se han realizados veinte ciclos con un tiempo de proceso de 300s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 7,175s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

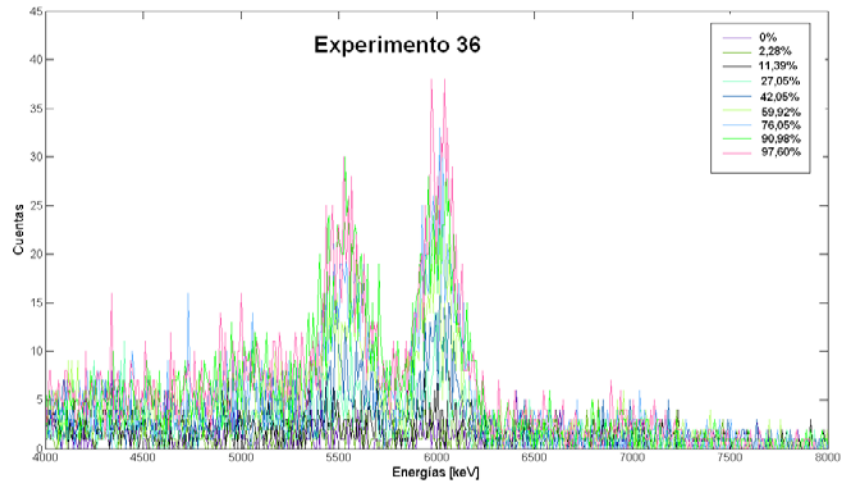


Figura 145. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 36-2011.

### 5.7.3 Experimento 37-2011

Este es el último de los experimentos realizados bajo el nombre de “*Ensayos de la serie 300*”. En este experimento se han realizados cincuenta ciclos con un tiempo de proceso de 300s, y unos tiempos de activación y lectura de radiación de 2,675s. El tiempo de desplazamiento empleado para desplazar las muestras es de 325ms.

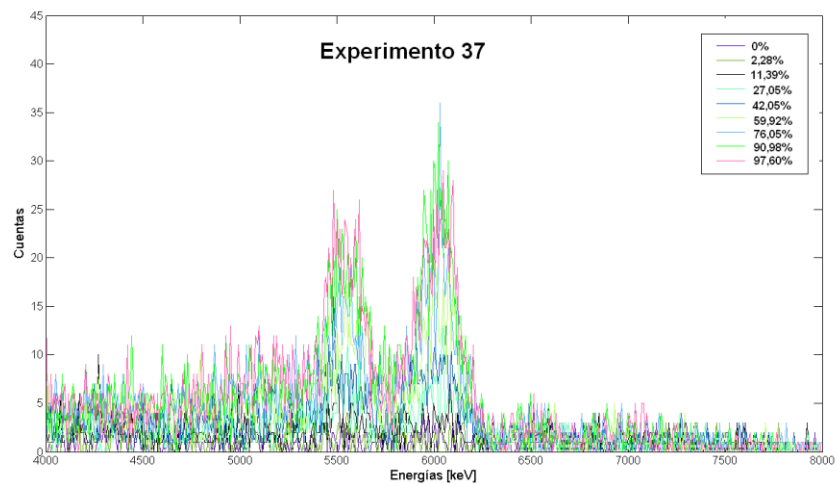


Figura 146. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 37-2011.



Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector BGO y un multicanal Osprey.

## 5.8 Serie 8

### 5.8.1 Experimento 38-2011

Este es el primer y único experimento realizado bajo el nombre de “*Ensayo de la serie 8*”. El experimento realizado se ha llevado a cabo con un tiempo de proceso de 300s, repartido en 13 ciclos, y con unos tiempos de activación y lectura de 11,213s, además se ha llevado a cabo con un tiempo de desplazamiento de 325ms.

Los experimentos se han llevado a cabo empleando un detector de NaI y un multicanal Osprey. Es precisamente el uso del detector de NaI lo que diferencia este experimento del Experimento 35 de la serie 300.

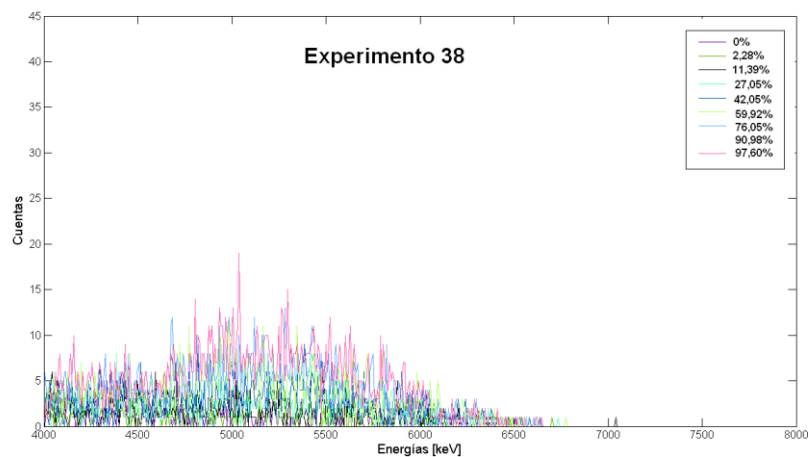


Figura 147. Espectros obtenidos para cada ley de fluorita en el Experimento 38-2011.



## 6 ANALISIS DE RESULTADOS (2011)

### 6.1 Estudio del espectro del $^{16}\text{N}$

En este capítulo se exponen los espectros obtenidos con el nuevo prototipo repitiendo los tiempos de proceso de los experimentos pero con distintos detectores. Estos experimentos corresponden a las series monociclos 1 y 3. Se pretende determinar el intervalo del espectro en el cual se visualiza la radiación gamma procedente del decaimiento del  $^{16}\text{N}$  producido durante la activación de las muestras contenedoras de flúor y observar las resoluciones de los detectores.

Tal como se comprobó en trabajos anteriores, el espectro se visualiza mejor cuando se llevan a cabo un número elevado de ciclos de activación y lectura. En la tesis anterior se hizo ([Rey-Ronco M.A., 2007](#)), con este fin, la suma algebraica de los espectros obtenidos en un elevado número de experimentos. En este caso, se ha procedido a realizar activaciones cíclicas, luego se analizarán los espectros de las series 100, 200, 300 y 8, para determinar el intervalo de energías correspondiente al decaimiento del  $^{16}\text{N}$ .

Una vez expuestos los espectros se busca el parámetro (que se denominará P), que represente mejor a los picos correspondientes al decaimiento del  $^{16}\text{N}$  a partir del espectro y con los que se obtenga una buena correlación con la ley de la muestra de fluorita. Este será un parámetro similar al encontrado en la tesis anterior y denominado P1-2007.

Una vez encontrado el parámetro, finalmente, se pretende comprobar el grado de ajuste de los experimentos realizados con las previsiones teóricas llevadas a cabo en la tesis anterior, según la cual, para cada tiempo total de proceso, hay un número de ciclos óptimo.



### 6.1.1 Espectros experimentales

En este apartado se estudian los espectros obtenidos en los nuevos experimentos y se analizan, individualmente los resultados obtenidos en las diferentes series. El objetivo es la determinación del intervalo de energías del espectro más adecuado para la interpretación de estos experimentos. Si bien en la tesis anterior el parámetro de interés para el estudio del espectro era el que incluía el intervalo comprendido entre 4500 y 6000 keV (denominado parámetro P1-2007), este resultado era para un detector de NaI. Sin embargo, en la mayoría de los nuevos experimentos se ha empleado un detector BGO, y por lo tanto hay que emplear, para estos casos, un nuevo parámetro que se debe analizar.

Con este objetivo, se han estudiado las siguientes series de experimentos, denominando serie al conjunto de pruebas realizadas con el mismo tiempo de proceso, el mismo detector y diferente número de ciclos, siempre en muestras del 97,6% en  $\text{CaF}_2$ :

- Serie 1. Se corresponde con un conjunto de experimentos monociclos, en los que los experimentos 1-2011 y 2-2011 se han obtenido con detector de NaI y los experimentos 3-2011 y 4-2011 con un detector de BGO.

La Figura 148 muestra los espectros de la muestra del 97,6% y el del fondo para la serie 1.

- Serie 3. Se corresponde con un conjunto de experimentos monociclos con detectores de NaI (experimentos 8-2011 y 9-2011) y BGO (experimentos 10-2011 y 11-2011).

La Figura 149 muestra los espectros de la muestra del 97,6% y el del fondo para la serie 3.

- serie 100. Se corresponde con el conjunto de experimentos realizados para un tiempo de proceso de 100s. Esta serie incluye los experimentos del 13-2011 al 23-2011, y todos ellos emplearon un detector BGO. El número de ciclos empleado varía entre 1 y 50.





La Figura 150 ilustra la serie 100, en el eje de abscisas se representa la energía desde 4000 a 8000keV, y en el eje de ordenadas el número de cuentas leídas.

- serie 200. Se corresponde con el conjunto de experimentos realizados para un tiempo de proceso de 200s. Esta serie incluye los experimentos del 24-2011 al 34-2011, y al igual que en el caso anterior fueron registrados con un detector BGO. El número de ciclos varía entre 1 y 50.

La Figura 151 ilustra la serie 200, en el eje de abscisas se representa la energía desde 4000 a 8000keV, y en el eje de ordenadas el número de cuentas leídas.

- serie 300. Se corresponde con el conjunto de experimentos realizados con un tiempo de proceso de 300s, e incluye los experimentos del 35-2011 al 37-2011. Esta serie fue realizada con un detector BGO y el número de ciclos es variable entre 13 y 50.

La Figura 152 ilustra la serie 300, en el eje de abscisas se representa la energía desde 4000 a 8000keV, y en el eje de ordenadas el número de cuentas leídas.

- Serie 8. Se corresponde con el experimento 38-2011 de 13 ciclos, con detector de NaI, que es lo que le diferencia del experimento 35-2011 de la serie 300.

En la Figura 153 se muestran los espectros de la muestra del 97,6% y el del fondo para los experimentos 35-2011 y 38-2011.

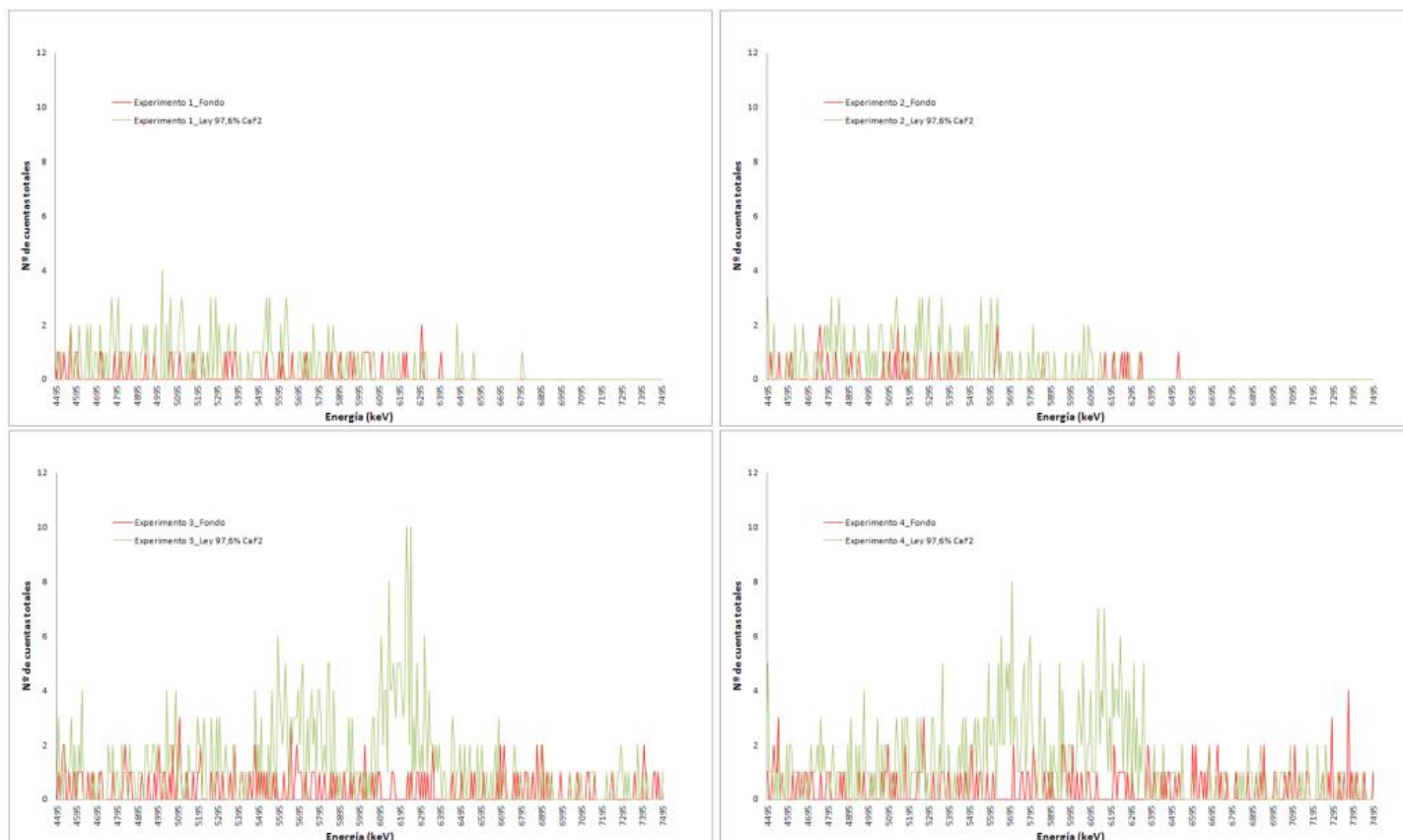
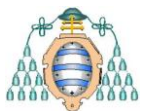


Figura 148. Representación gráfica de la serie 1 para la ley del 97,6% y su fondo.

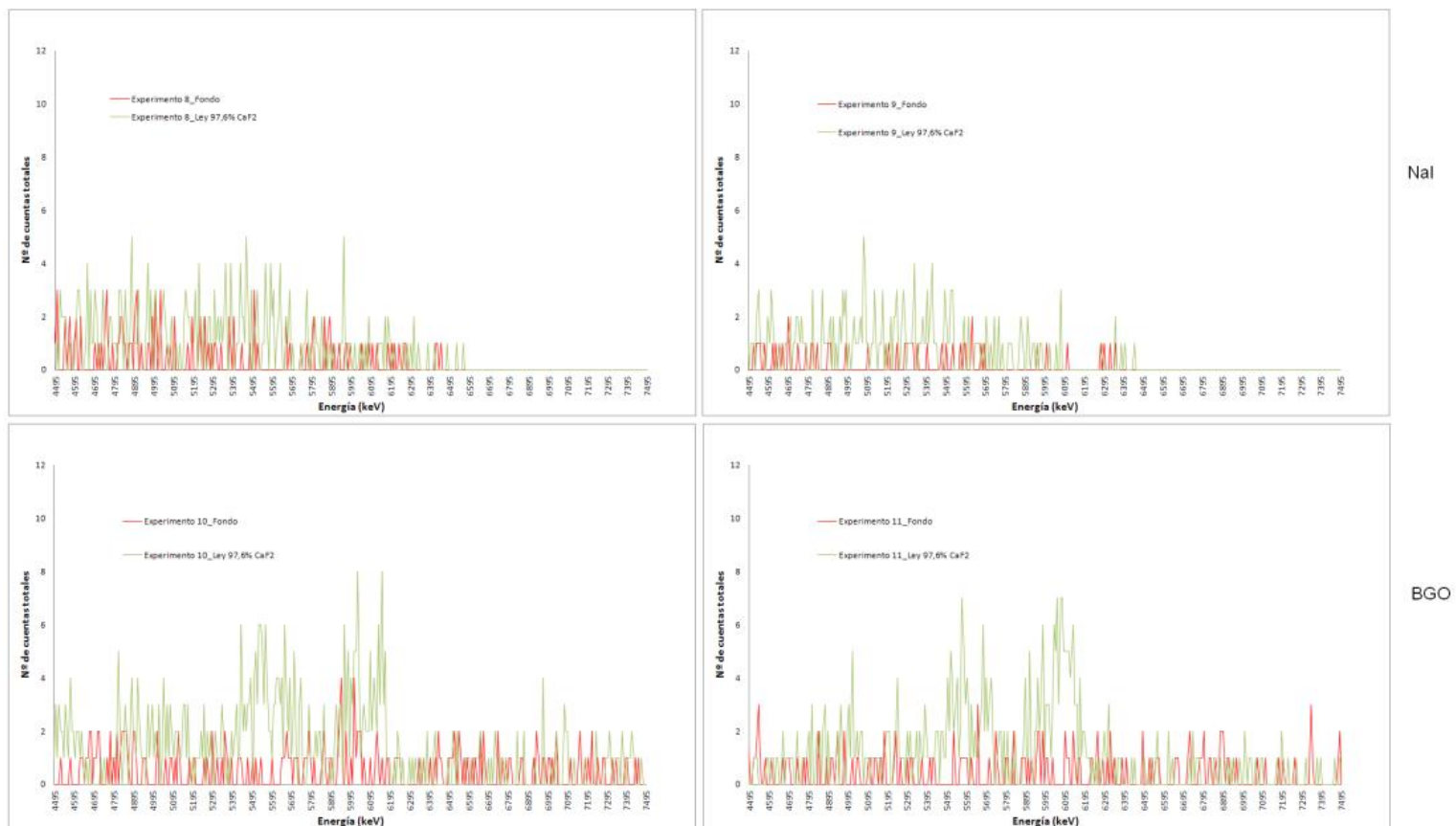
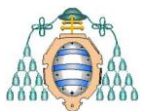


Figura 149. Representación gráfica de la serie 3 para la ley del 97,6% y su fondo.

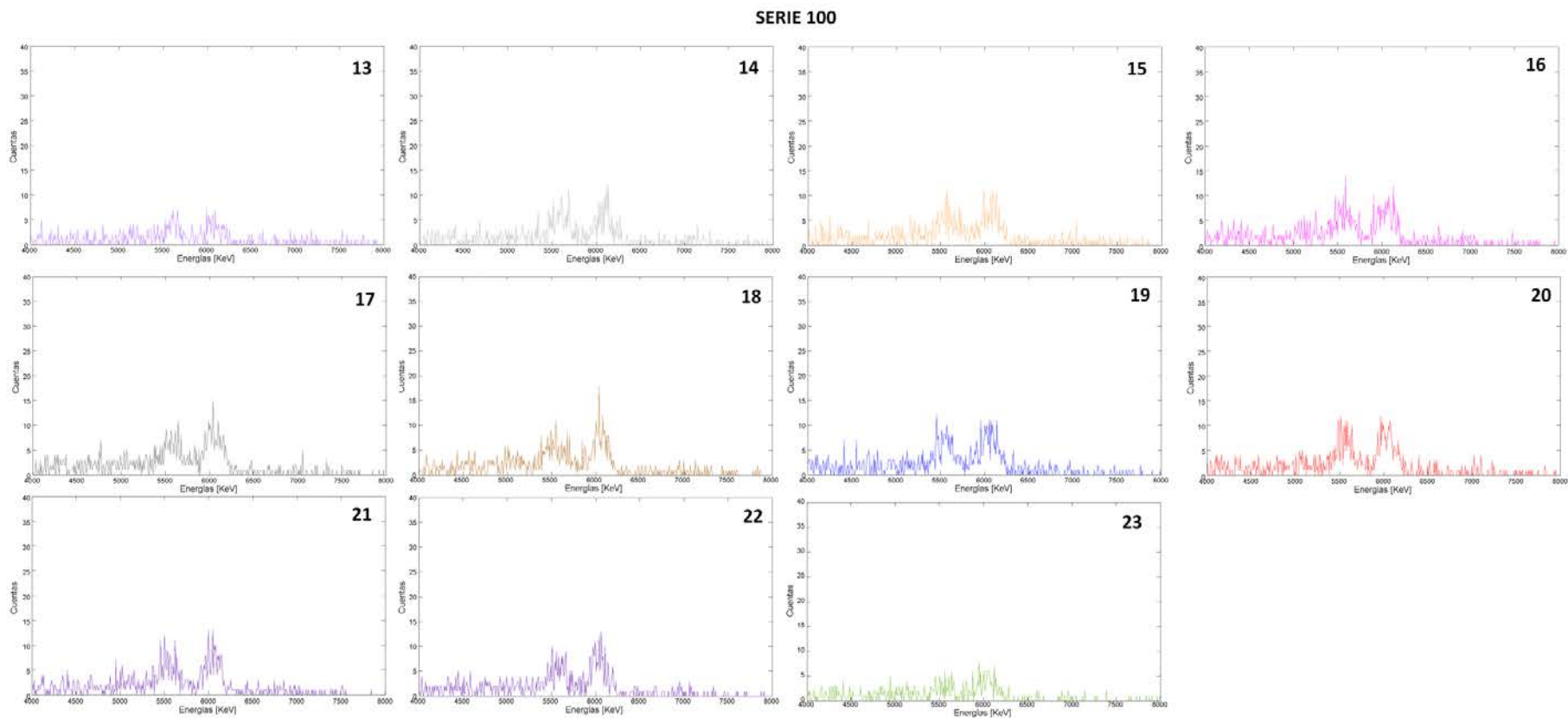
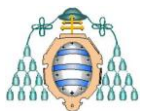
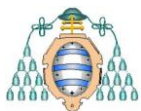


Figura 150. Representación gráfica de la serie 100.



SERIE 200

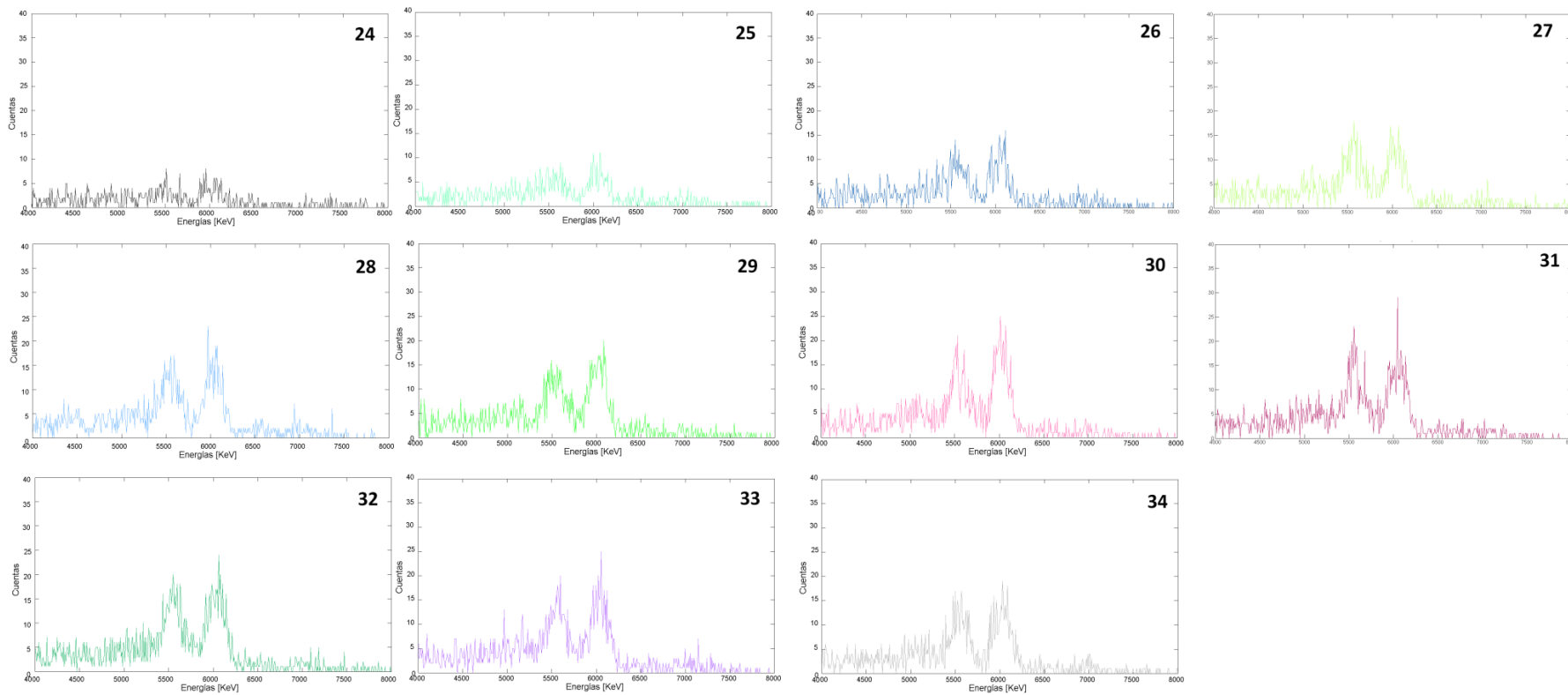
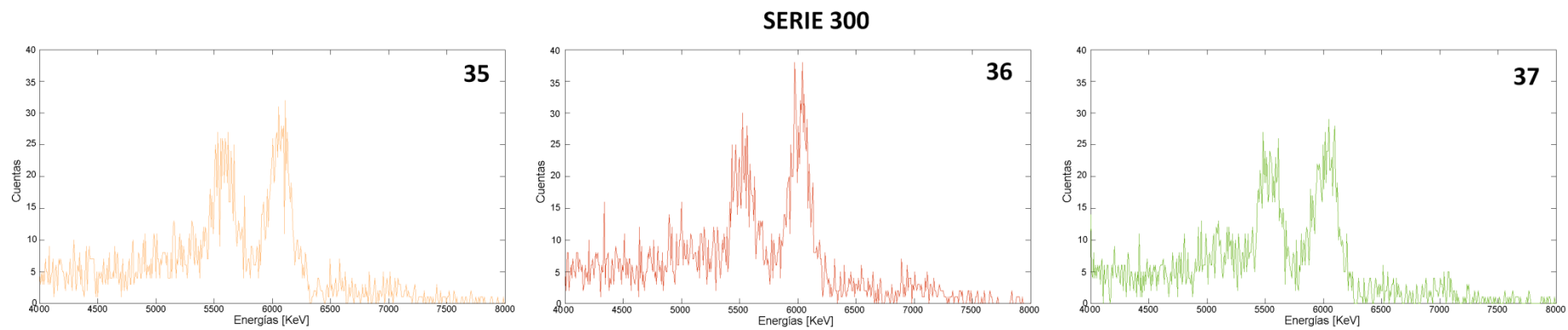
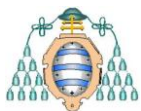
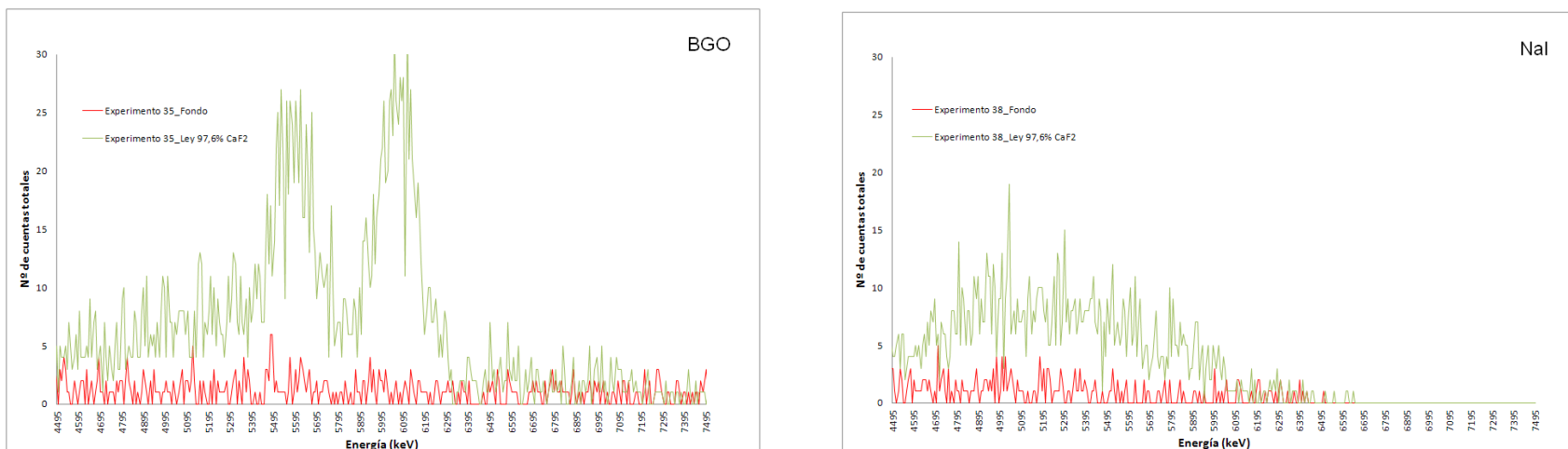


Figura 151. Representación gráfica de la serie 200.



**Figura 152. Representación gráfica de la serie 300.**



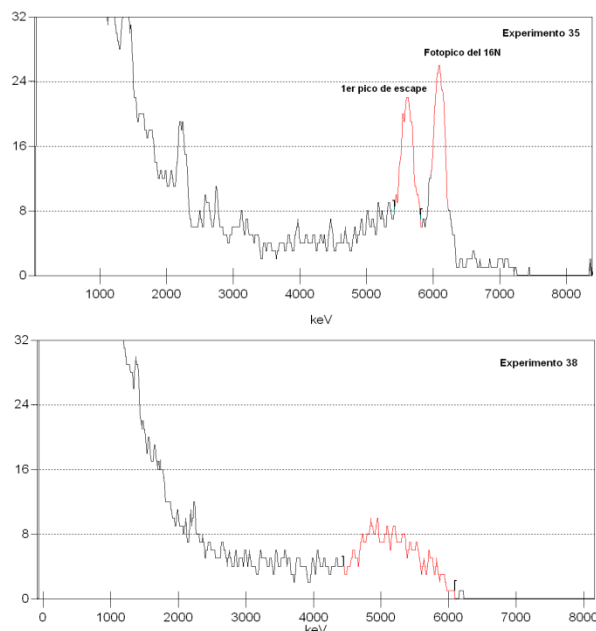
**Figura 153.** A la izquierda: Representación gráfica del experimento35-2011 para la ley del 97,6% y su fondo. A la derecha: Representación gráfica de la serie 8 para la ley del 97,6% y su fondo.



Si se examina detenidamente los espectros de la Figura 152 (serie 300), se observa en todos ellos, la presencia de dos picos. Observando las series 100 y 200 vemos que la presencia de estos picos se repite igualmente. El pico de mayor valor se corresponde con el fotopico del  $^{16}\text{N}$  (6128keV). Y, a una energía menor en 511keV que la energía de este fotopico, es decir en la energía de 5617keV, se encuentra el primer pico de escape.

### ***6.1.1.1 Resolución de los detectores NaI y BGO para altas energías***

A la vista de los espectros y para determinar la resolución de los detectores se ha realizado con Matlab un suavizado de 13 puntos a los espectros, tras el cual se han manifestado claramente el fotopico del  $^{16}\text{N}$  a 6128 keV y el primer pico de escape a 5617 keV a partir del detector BGO (Experimento 35-2011), y un único pico en el espectro recogido con el detector de NaI(Tl) (Experimento 38-2011). En la Figura 153 se observan los picos mencionados.



**Figura 154. Estudio de la resolución de los espectros. En la parte superior, espectro recogido con el detector BGO (Experimento 35). En la parte inferior, espectro recogido con el detector de NaI(Tl) (Experimento 38).**





Analizando la figura anterior se observa que con el detector de NaI solo se manifiesta un pico, mientras que el detector BGO es capaz de discernir entre dos picos muy próximos. Queda claramente manifiesto de forma gráfica que este segundo detector tiene mayor resolución.

Se ha calculado la resolución de los detectores a partir de los datos proporcionados por el programa Genie-2000, que se han recogido en la Tabla 24.

**Tabla 24. Resolución de los detectores**

Experimento	Intervalo de energías (keV)	Centroide (keV)	FWHM	r
Experimento 35-2011 (BGO)- (fotopico)	5423,6-5808,2	5611,8	194,937	0,0347
Experimento 35-2011 (1er pico de escape)	5971,9-6217,4	6091,1	169,339	0,0278
Experimento 38-2011 (NaI)	4448,1-6087,8	5160,8	685,587	0,1328

Donde se observa que la mayor resolución se obtiene con el detector BGO, por ser el valor “r” en ambos picos menor que en el caso del detector NaI(Tl).

En conclusión, se constata que el detector BGO tiene una mayor resolución para la energía del  $^{16}\text{N}$  que el detector de NaI.

### ***6.1.1.2 Determinación del parámetro para la definición de los picos del $^{16}\text{N}$ a partir del espectro***

Se va a realizar la selección del parámetro, deducido a través del espectro, que mejor representa los picos del  $^{16}\text{N}$  y que se usará para llevar a cabo la correlación con la ley de las muestras. Para ello se va a analizar el coeficiente de correlación entre el parámetro y la ley. Se han analizado varios parámetros:

- Parámetro P1. Representa el área efectiva  $A_{opt}^{dnciclos}(experimental)$ , bajo el espectro en el intervalo de energías comprendido entre 4,9 y 6,3MeV. Esta área efectiva se obtiene restando el área del espectro



obtenido en la activación de una muestra de fluorita de una determinada ley, y el obtenido en una lectura del fondo en el intervalo de energías mencionado con iguales condiciones de activación y lectura (Figura 155). En la Figura 156 se ha representado el Parámetro P1 en el espectro correspondiente a la muestra del 97,6% del experimento 36-2011.

- Parámetro P2. Representa el área efectiva  $A_{opt}^{dnciclos}$  (*experimental*), bajo el espectro en el intervalo de energías comprendido entre 5,25 y 6,25MeV. En la Figura 157 se ha representado el Parámetro P2 en el espectro correspondiente a la muestra del 97,6% del experimento 36-2011.
- Parámetro P3. Representa el área efectiva  $A_{opt}^{dnciclos}$  (*experimental*), bajo el espectro en el intervalo de energías comprendido entre 4,9 y 7,6MeV. En la Figura 158 se ha representado el parámetro P3 en el espectro correspondiente a la muestra del 97,6% del experimento 36-2011.
- Parámetro P4. Representa el valor máximo de cuentas correspondiente a la energía teórica del fotopico del  $^{16}\text{N}$ . A este valor de cuentas, se le ha restado las cuentas procedentes del fondo. En la Figura 159 se ha representado el parámetro P4 en el espectro correspondiente a la muestra del 97,6% del experimento 36-2011.
- Parámetro P5. Representa el valor máximo de cuentas correspondiente a la energía teórica del primer pico de escape del  $^{16}\text{N}$  menos las cuentas procedentes del fondo. En la Figura 160 se ha representado el parámetro P5 en el espectro correspondiente a la muestra del 97,6% del experimento 36-2011.

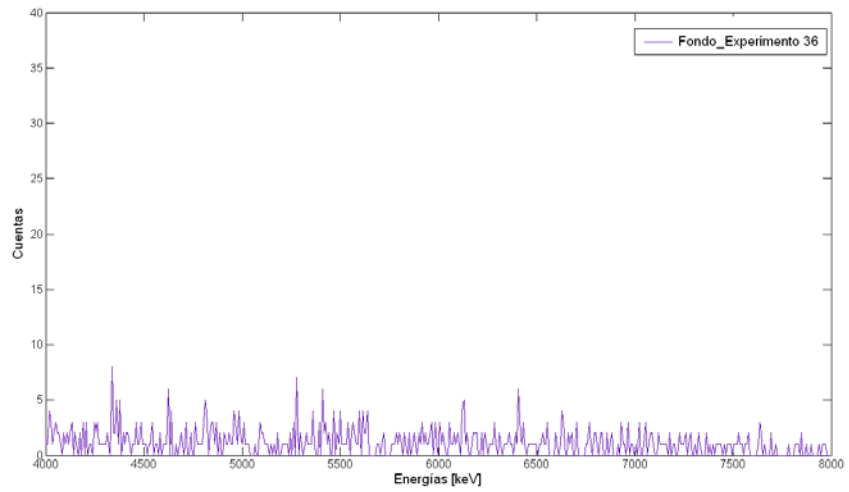


Figura 155. Representación del fondo para el experimento 36-2011.

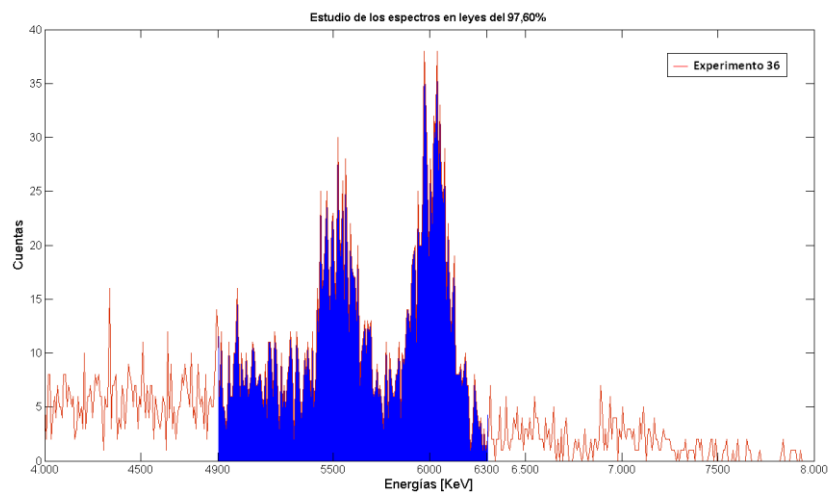
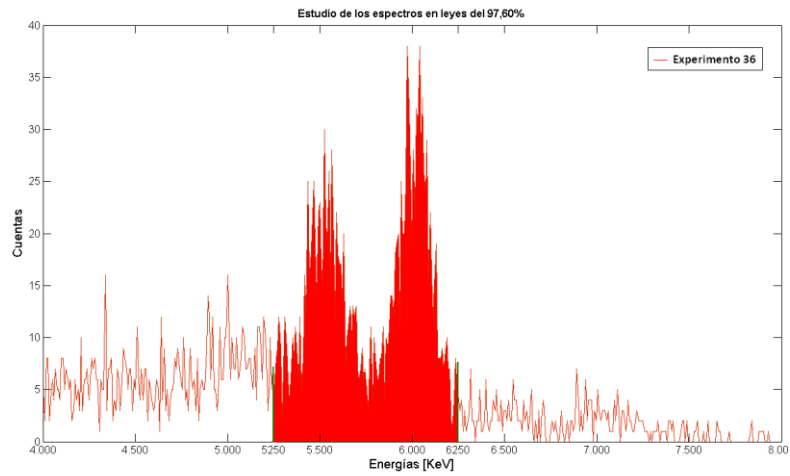
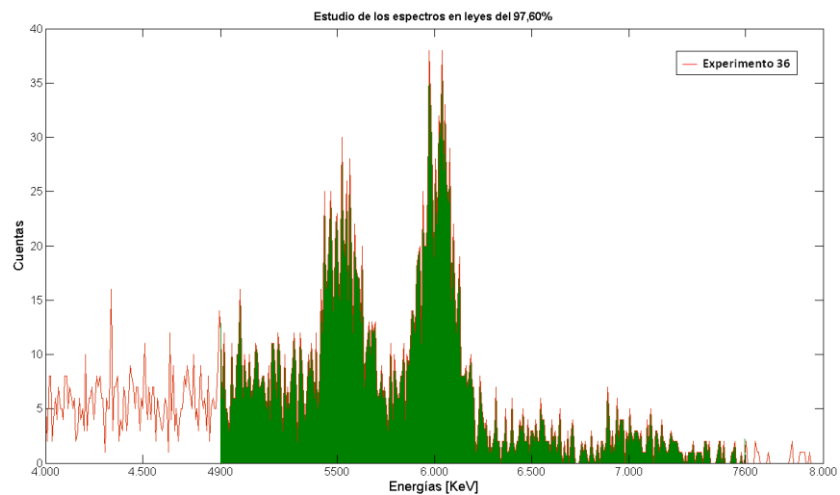


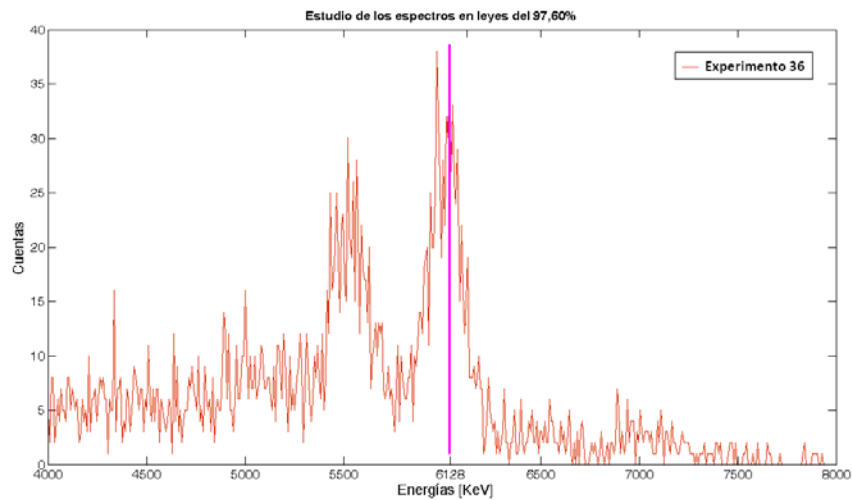
Figura 156. Representación gráfica del Parámetro P1 correspondiente al experimento 36-2011 con una muestra de una ley del 97,6%.



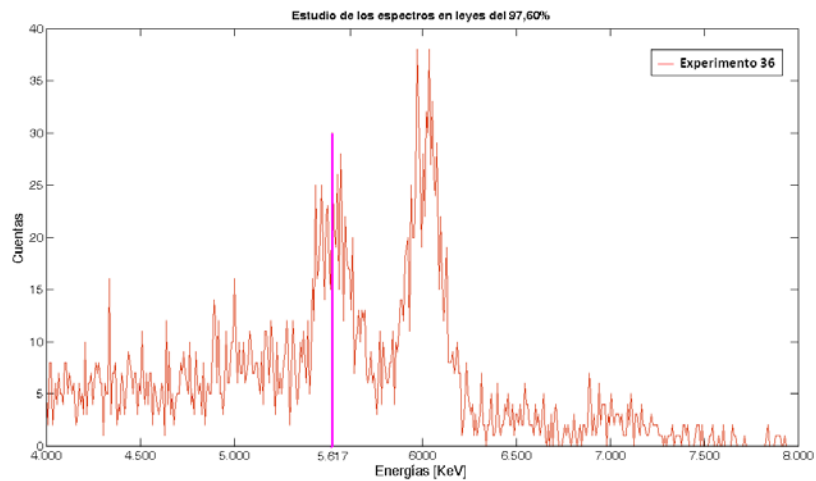
**Figura 157.** Representación gráfica del Parámetro P2 correspondiente al experimento 36-2011 con una muestra de una ley del 97,6%.



**Figura 158.** Representación gráfica del parámetro P3 correspondiente al experimento 36-2011 con una muestra de una ley del 97,6%.



**Figura 159.** Representación gráfica del parámetro P4 correspondiente al experimento 36-2011 con una muestra de una ley del 97,6%.



**Figura 160.** Representación gráfica del parámetro P5 correspondiente al experimento 36-2011 con una muestra de una ley del 97,6%.

Los dos picos del  $^{16}\text{N}$  están incluidos en los intervalos de energía correspondientes a los parámetros P1, P2 y P3 tal como se muestra en estas figuras. Este hecho se cumple independientemente del tiempo de proceso y número de ciclos.

En la Tabla 25 se muestran los parámetros P1, P2 y P3 para el experimento 36-2011.



Tabla 25. Cálculo de los parámetros P1, P2 y P3 para el experimento 36-2011.

LEY DE LA MUESTRA	Parámetros		
	P1	P2	P3
0%	-	-	-
2,28%	29	13	19
11,39%	196	155	199
27,05%	437	371	453
42,05%	658	548	673
59,92%	1127	941	1218
76,08%	1406	1199	1490
90,98%	1735	1477	1810
97,60%	1859	1563	2009
Coefficiente de correlación ( $R^2$ )	0,9943	0,994	0,9915

A partir de estos valores se han determinado los coeficientes de correlación  $R^2$  entre la ley y los valores de P1, P2 y P3.

En la Figura 161 se ha representado gráficamente los coeficientes de correlación correspondientes al experimento 36-2011.

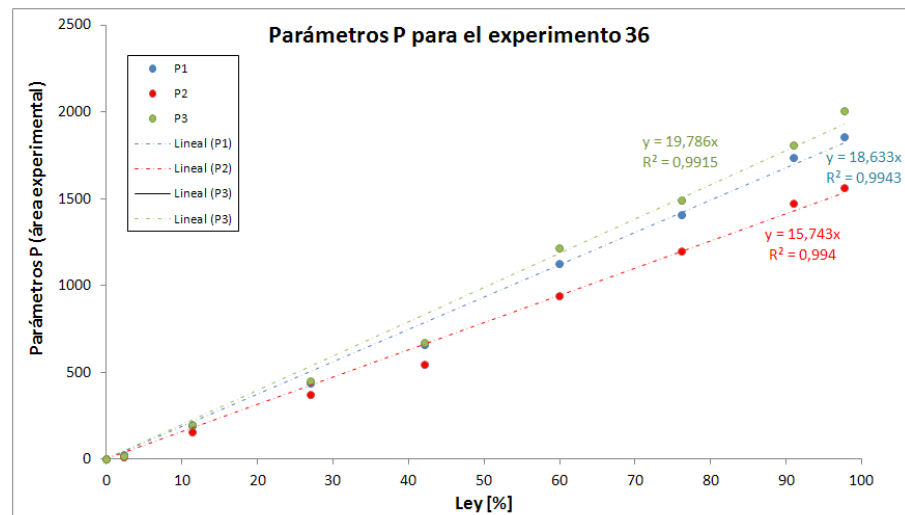


Figura 161. Representación gráfica de los parámetros P1, P2 y P3 para el experimento 36-2011.



El procedimiento que se ha seguido para el experimento 36-2011 se ha repetido para el resto de experimentos 2011 para determinar todos los coeficientes de correlación.

En la Tabla 26 se resumen para la serie 100, los coeficientes de correlación obtenidos en los diferentes parámetros y se ha marcado en rojo coeficiente de correlación más alto conseguido.

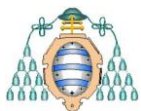


Tabla 26. Coeficientes de correlación entre la ley de las muestras y los parámetros para los experimentos de la serie 100.

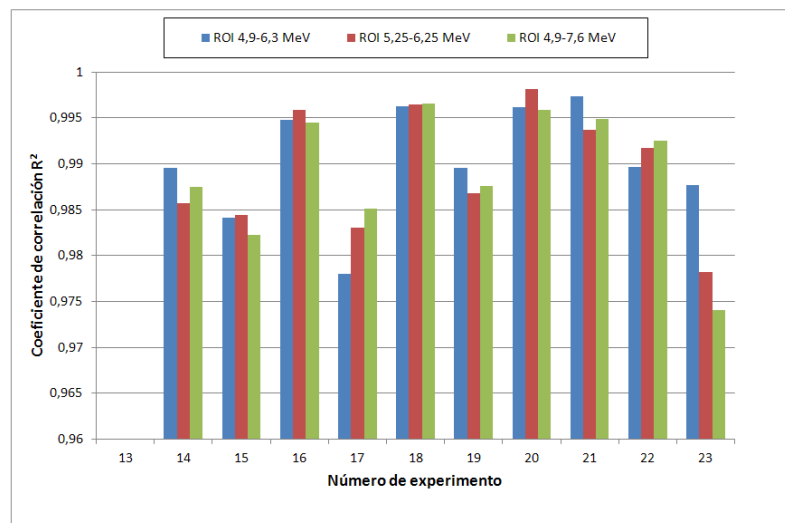
		Datos del experimento			Resultados del análisis: R <sup>2</sup>				
		T[s]	ta=tl	nº ciclos	Parámetro P1	Parámetro P2	Parámetro P3	Parámetro P4	Parámetro P5
Número de experimento-2011	13	100	49,675	1	0,9235	0,9336	0,926	0,6036	0,6136
	14	100	24,7	2	0,9896	0,9857	0,9875	0,8903	0,8088
	15	100	16,3	3	0,9841	0,9844	0,9823	0,953	0,9408
	16	100	12,175	4	0,9948	0,9959	0,9945	0,9304	0,8895
	17	100	9,68	5	0,978	0,9831	0,9851	0,9642	0,9575
	18	100	8,01	6	0,9963	0,9965	0,9966	0,871	0,9311
	19	100	6,82	7	0,9896	0,9868	0,9876	0,8462	0,8756
	20	100	5,93	8	0,9962	0,9982	0,9959	0,9395	0,9611
	21	100	3,52	13	0,9974	0,9937	0,9949	0,8003	0,9621
	22	100	2,18	20	0,9897	0,9917	0,9925	0,7415	0,6448
23	100	0,68	50	0,9877	0,9782	0,9741	-	-	





En vista a los resultados mostrados en la Tabla 26, se han desestimado los parámetros correspondientes a las alturas de los picos puesto que sus coeficientes de correlación son considerablemente inferiores a los de los otros parámetros.

Se han representado gráficamente en la Figura 162 los coeficientes de correlación de los demás parámetros para los experimentos 2011 de más de un ciclo de la tabla anterior (se ha excluido el experimento 13-2011).



**Figura 162. Análisis de los coeficientes de correlación de los parámetros P1, P2 y P3 para los experimentos 2011 de la serie 100.**

A la vista de los resultados se ve que el coeficiente de correlación es muy elevado en todos los casos de los experimentos 2011 de la serie 100, si bien el Parámetro P2 muestra una mejor correlación con una mayor frecuencia:

- El Parámetro P1 es máximo en el experimento 14-2011, 19-2011, 21-2011 y 23-2011.
- El Parámetro P2 es máximo en los experimentos 15-2011, 16-2011 y en el 20-2011.
- El parámetro P3 es máximo en el experimento 17-2011 y en el 22-2011.
- Entre los parámetros P2 y P3 el coeficiente de correlación es similar en



los experimentos 18-2011.

- Entre los parámetros P1 y P2 el coeficiente de correlación es similar en el experimento 18-2011.
- Entre los parámetros el P1 y P3 el coeficiente de correlación es similar en los experimentos 16-2011, 18-2011 y 20-2011.

Este resultado se ha mantenido en los experimentos 2011 de la serie 200 y de la serie 300.

Si consideramos además que el fotopico del  $^{16}\text{N}$  se sitúa en la energía 6128keV y el primer pico de escape está en 5617keV que es el intervalo que más se ajusta al Parámetro P2, se ha decidido considerar éste como el parámetro de representación o determinación de la ley en flúor de la muestra.

En conclusión, se considera el intervalo de energías representativo del  $^{16}\text{N}$ , con detector BGO, al comprendido entre las energías 5250 y 6250 keV, y el parámetro de comparación P2 que representa al área bajo el espectro de radiación gamma comprendida en dicho intervalo de energía.

En conclusión, se constata que el proceso cíclico asimétrico tiene mayor coeficiente de correlación, y por tanto es mejor que el proceso cíclico simétrico a iguales características de proceso.

### **6.1.2 Grado de acuerdo entre los resultados experimentales y el modelo teórico.**

A continuación, se comprobará el grado de ajuste de los nuevos experimentos (2011) al modelo teórico:

- Por una parte, el área óptima teórica considerando un tiempo de desplazamiento  $d$  y  $n$  ciclos,  $A_{opt}^{dn\text{ciclos}}(\text{teórico})$ , que viene dado por la expresión [ 2 ]. Se ha representado gráficamente la función



$A_{opt}^{dnciclos}(teórico) \cdot \frac{\lambda}{k}$ , (Figura 78) para las series 100, 200 y 300 y con un tiempo de desplazamiento de 0,325s. Los valores óptimos de esta función y el número de ciclos a los que corresponde según el tiempo de desplazamiento indicado se resumen en la Tabla 10.

- Por otra parte, se han realizado las series de experimentos 100, 200 y 300 para un tiempo de desplazamiento de 0,325s y se tiene el Parámetro P2. Este Parámetro P2 en la nomenclatura del modelo anterior, se correspondería con el área  $A_{opt}^{dnciclos}(experimental)$  por lo que de ahora en adelante, y al objeto de facilitar la comprensión de los resultados comparativos nos referiremos al área  $A_{opt}^{dnciclos}(experimental)$  como Parámetro P2. En la Tabla 27 se muestran los datos recogidos de los experimentos-2011 y en la Figura 163 se representan los valores experimentales  $A_{opt}^{dnciclos}(experimental)$  para las series 100, 200 y 300.



Tabla 27. Resumen del Parámetro P2 en los distintos experimentos-2011 .

SERIE	N° de experimento-2011	Número de ciclos	Parámetro P2	SERIE	N° de experimento-2011	Número de ciclos	Parámetro P2	SERIE	N° de experimento-2011	Número de ciclos	Parámetro P2	SERIE	N° de experimento-2011	Número de ciclos	Parámetro P2
100	13	1	257	200	24	1	227	300	35	13	1580	350	7	13	1949
	14	2	399		25	2	396		36	20	1563				
	15	3	467		26	3	612		37	50	1450				
	5	4	520		27	4	789								
	16	4	466		28	5	877								
	17	5	526		29	6	918								
	18	6	491		30	7	1007								
	19	7	506		31	8	997								
	20	8	497		32	13	1072								
	21	13	483		33	20	988								
	22	20	431		34	50	816								
23	50	229													

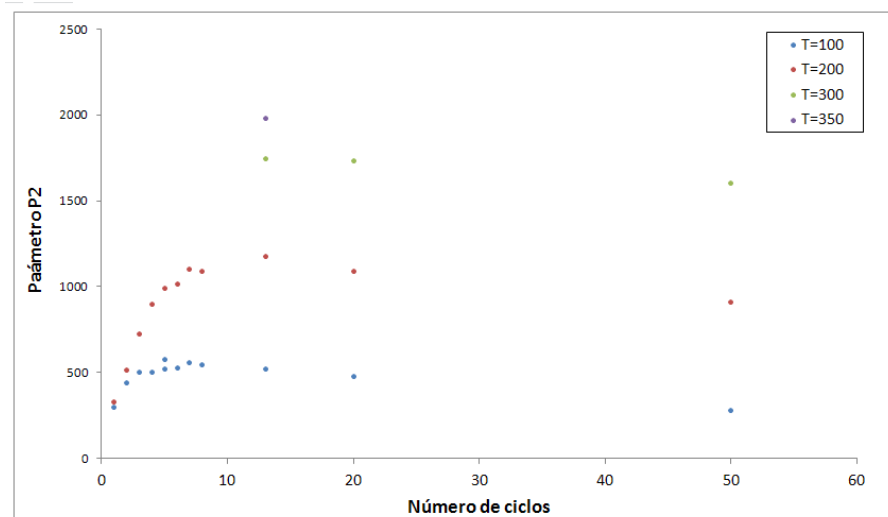


Figura 163. Evolución del Parámetro P2 según el número de activaciones, para distintos tiempos de proceso, según la ecuación.



En la Figura 163 se representan gráficamente los valores experimentales del Parámetro P2 resumidos en la Tabla 27.

Se ha empleado el programa Matlab para ajustar los valores experimentales del Parámetro P2, de las series 100 y 200 con tiempos de desplazamiento 0,325s, a la ecuación modificada a partir del modelo teórico calculado bajo las mismas condiciones. Para realizar esta aproximación se han descartado las series 300 y 350 puesto que se carece de datos suficientes para ello.

La ecuación modificada con la cual se ha realizado la regresión no lineal, es la siguiente:

$$y = a \cdot x \cdot \left(1 - e^{\left(-\frac{b}{x} + c\right)}\right) \cdot \left(e^{-c} - e^{\left(-\frac{b}{x}\right)}\right) + d \quad [31]$$

Que supone un escalado y una traslación de la ecuación teórica a causa de la calibración entre la función  $A_{opt}^{dnciclos}$  y el Parámetro P2 experimental.

Se observa, por comparación con el modelo teórico:

$$A_{opt}^{dnciclos}(\text{teórico}) = n \cdot \frac{k}{\lambda} \cdot \left(1 - e^{-\lambda \cdot \left(\frac{T}{2 \cdot n} - d\right)}\right) \cdot \left(e^{-\lambda \cdot d} - e^{-\lambda \cdot \frac{T}{2 \cdot n}}\right)$$

donde:

- $a$  es un coeficiente que representa la proporcionalidad entre los gráficos e incluye a la relación  $k/\lambda$ .
- $b$  es un coeficiente que representa  $\lambda \cdot \frac{T}{2}$
- $c$  es un coeficiente que representa  $\lambda \cdot d$
- $d$  es un coeficiente que representa el desplazamiento entre ambas curvas, la teórica y la experimental.

Para realizar la regresión se han tomado unos puntos de partida y un intervalo para los coeficientes  $a$ ,  $b$ ,  $c$  y  $d$  que se reflejan en la siguiente tabla.



Tabla 28. Valores iniciales e intervalo seleccionado para los coeficientes de la ecuación [ 3 ].

Constante	Starpoint	Lower	Upper
<i>a</i>	50	1	500
<i>b</i>	4,5	1	50
<i>c</i>	3 e-3	1 e-5	1
<i>d</i>	0	0	400

El resultado del ajuste se muestra en la Figura 164. Se ha representado con puntos los valores experimentales del Parámetro P2, obtenidas para cada serie, y en líneas continuas y con el mismo color el ajuste de estas series según la ecuación anterior.

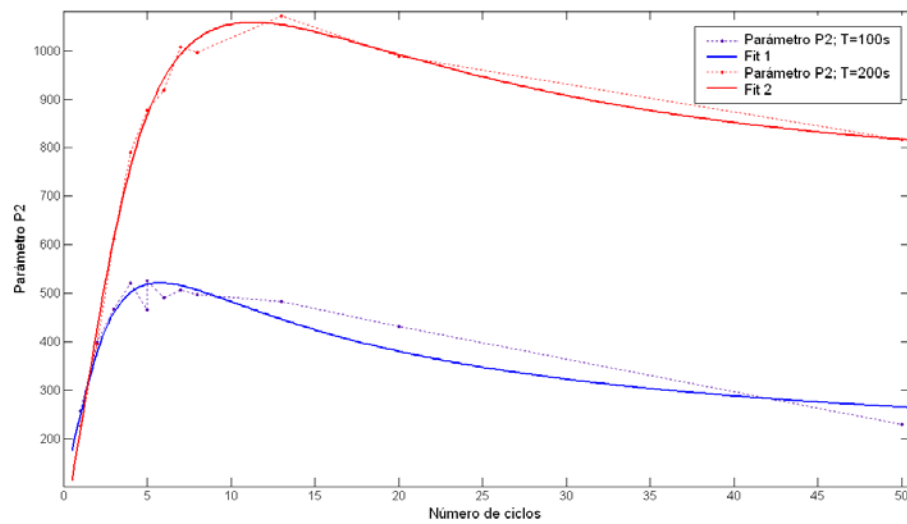


Figura 164. Representación del Parámetro P2 versus número de ciclos para las series 100 y 200 junto con su respectivo ajuste (fit).

Los resultados de la regresión lineal se muestran a continuación:



<i>Serie 100</i>	<i>Serie 200</i>
<p>General model:  <math>f(x) = d + (a * x * (1 - \exp(-b/x + c)) * (\exp(-c) - \exp(-b/x)))</math>            Coefficients (with 95% confidence bounds):  <math>a = 113 (46,6; 179,3)</math>  <math>b = 8,018 (4,198; 11,84)</math>  <math>c = 0,01698 (-0,1332, 0,1672)</math>  <math>d = 162,1 (19,25; 304,9)</math></p> <p>Goodness of fit:            SSE: 9007            R-square: 0,9158            Adjusted R-square: 0,8843            RMSE: 33,55</p>	<p>General model:  <math>f(x) = d + (a * x * (1 - \exp(-b/x + c)) * (\exp(-c) - \exp(-b/x)))</math>            Coefficients (with 95% confidence bounds):  <math>a = 191,3 (165,7; 216,9)</math>  <math>b = 11,19 (9,858, 12,51)</math>  <math>c = -0,1009 (-0,1241, -0,07773)</math>  <math>d = 3,651 (-70,72, 78,02)</math></p> <p>Goodness of fit:            SSE: 3855            R-square: 0,9948            Adjusted R-square: 0,9925            RMSE: 23,47</p>

Los coeficientes de la regresión  $a$ ,  $b$ ,  $c$  y  $d$  son coherentes con los esperados, que dependen de  $\lambda = \frac{\ln 2}{T_{1/2}}$ , tiempo de decaimiento  $T_{1/2} = 7,13s$  del  $^{16}\text{N}$ ,  $d = 0,325s$  el tiempo de desplazamiento de la muestra, o  $T$  tiempo total de proceso (en este caso, 100 o 200s). El coeficiente  $k$  es desconocido a priori.

En conclusión, el grado de acuerdo entre los resultados experimentales en activación cíclica y los previstos según el modelo teórico que expresa la evolución de la concentración de  $^{16}\text{N}$  es muy elevado, con un coeficiente de correlación de 0,91 en tiempo total de proceso de 100 s, y de 0,99 en un tiempo total de proceso de 200s.

## 6.2 Relación F/C

Como se ha indicado anteriormente, se denomina fondo de un experimento dado al Parámetro P1-2007 o bien P2 del espectro registrado (según el detector usado del tipo NaI o BGO respectivamente), con las características generales del



experimento, es decir, con el mismo tiempo de proceso, de activación, de lectura y de desplazamiento, pero sin muestra alguna,. Representa a la radiación registrada en el entorno del detector en la disposición habitual del experimento y, en principio, debería ser lo más pequeña posible.

Se ha llamado relación F/C al resultado de dividir el Parámetro P1-2007 o P2 del espectro del fondo de un experimento dado, y el Parámetro P1-2007 o P2 de una muestra del 97,6% en fluorita, y se expresa en %. Cuanto mayor sea la relación F/C, mayor será la influencia del espectro del fondo en el espectro en una muestra de fluorita, y menor la “calidad” del experimento.

Se ha calculado la relación F/C en cada experimento-2011 de todas las series 1, 2, 100, 200 y 300, para las muestras de una ley del 97,6% en el intervalo de energías correspondiente al Parámetro P1-2007 y P2, cuyos resultados se muestran a continuación.

**Tabla 29. Análisis del F/C para las series 1 y 2.**

Serie 1				Serie 2			
N° Experimento (2011)	n	ta	F/C (%)	N° Experimento (2011)	n	ta	F/C (%)
1	1	120	26	5	4	12,175	9
2	1	60	25	6	8	12,8	12
3	1	120	20	7	13	13,136	10
4	1	60	21				

En la Tabla 30 se muestran los resultados indicando el número de ciclos y el tiempo de activación de cada experimento.

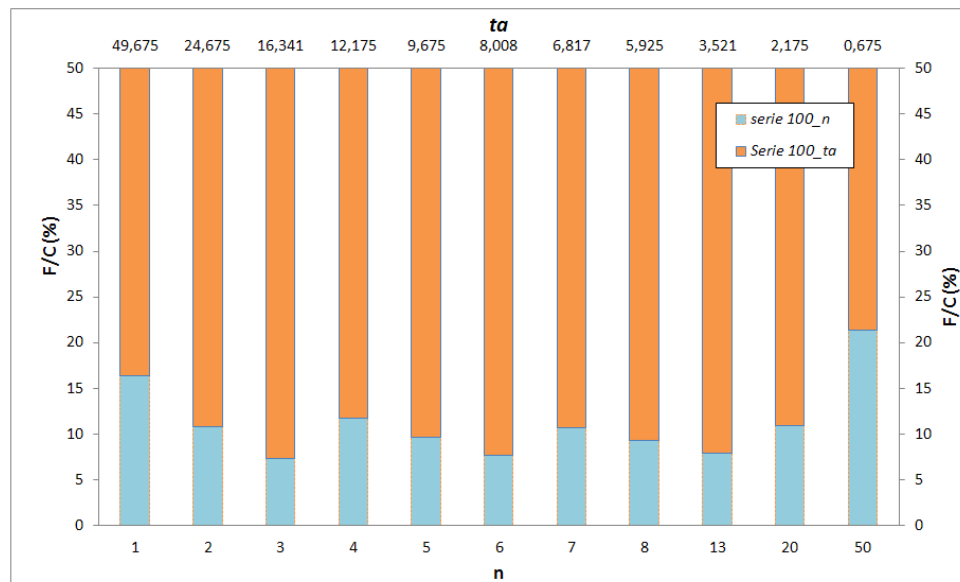




**Tabla 30. Análisis del F/C para las series 100, 200 y 300.**

Serie 100				Serie 200				Serie 300			
N° Experimento (2011)	n	$t_a$	F/C (%)	N° Experimento (2011)	n	$t_a$	F/C (%)	N° Experimento (2011)	n	$t_a$	F/C (%)
13	1	49,675	16,3	24	1	99,675	44,052	35	13	11,213	10,3
14	2	24,675	9,72	25	2	49,675	29,797	36	20	7,175	11
15	3	16,341	7,28	26	3	33,008	18,300	37	50	2,675	10,4
16	4	12,175	11,8	27	4	24,675	13,561				
17	5	9,675	9,7	28	5	19,675	12,998				
18	6	8,008	7,74	29	6	16,341	10,348				
19	7	6,817	10,6	30	7	13,96	9,334				
20	8	5,925	8,47	31	8	12,175	9,227				
21	13	3,521	7,8	32	13	7,36	9,794				
22	20	2,175	11	33	20	4,675	9,919				
23	50	0,675	22	34	50	1,675	11,764				

Se han representado en las figuras siguientes la relación F/C en función del número de ciclos (eje horizontal inferior), y tiempo de activación (eje horizontal superior) para los experimentos-2011 de la serie 100 y 200.



**Figura 165. Ejes primarios: Relación F/C (%) - n para la serie 100. Ejes secundarios: Relación F/C (%) -  $t_a$  para la serie 100.**



Los resultados para los experimentos-2011 de la serie 100 muestran que para un número de ciclos pequeño, así como para un tiempo de activación pequeño (número de ciclos grande), aumenta la relación F/C. De la misma manera, con un tiempo de activación muy pequeño o muy grande sucede lo mismo. Así, para un número de ciclos de 50 o un tiempo de activación de 0,675, la relación F/C es superior a 20%

En la serie 200 la relación F/C es muy elevada con un número de ciclos pequeño siendo superior al 20% con número de ciclos de 1 y 2, o bien con tiempos de activación y lectura muy elevados. Al aumentar el número de ciclos, o disminuir el tiempo de activación, disminuye la relación F/C, hasta llegar a un mínimo, y posteriormente, vuelve a aumentar la relación F/C al aumentar el número de ciclos. Con  $n=50$ , la relación de F/C es inferior a la relación F/C para  $n=50$  con  $T=100$ . Esto es debido a que en la serie 200 y 50 ciclos el tiempo de activación es todavía alto (1,675) frente al tiempo de 0,675 que había antes en 50 ciclos.

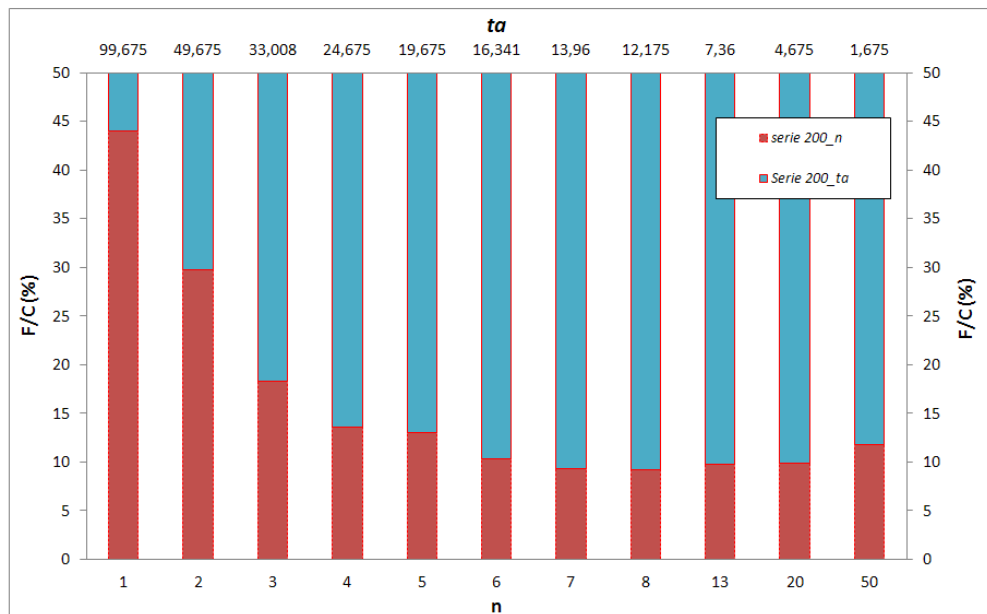


Figura 166. Ejes primarios: Relación F/C (%) - n para la serie 200. Ejes secundarios: Relación F/C (%) - ta para la serie 200.



En conclusión, se puede decir que para conseguir una relación F/C baja hay que ir realizar activación cíclica pero de forma que el tiempo de activación de cada ciclo no sea muy pequeño, (p.e. inferior a 1 s).

### 6.3 Estudio del tipo de detector

Para estudiar la respuesta de los dos tipos del detector usados en el espectro se analizan dos a dos los siguientes experimentos, todos ellos según el nuevo prototipo automático 2011, a igualdad de tiempos de proceso, de activación y de lectura, y de ciclos:

1. Experimento 1-2011 y Experimento 3-2011 de la serie 1.
2. Experimento 2-2011 y Experimento 4-2011 de la serie 1.
3. Experimento 8-2011 y Experimento 10-2011 de la serie 3.
4. Experimentos 9-2011 y Experimento 11-2011 de la serie 3.
5. Experimento 35-2011 de la serie 300 y Experimentos 38 de la serie 8.

En todos los experimentos analizados, se expone como criterio de comparación el parámetro P, que, en anteriores casos es P1-2007 (detector de NaI) o P2 (detector BGO).

1. Comparación entre el Experimento 1-2011 y 3-2011

Se han representado conjuntamente en la Figura 167, los espectros recogidos tras irradiar una muestra del 97,60% en fluorita, con ambos detectores:

- en color verde se representa el espectro de rayos gamma leído con el detector de NaI(Tl), y



- en color azul, se observa el espectro de rayos gamma leído con el detector BGO.

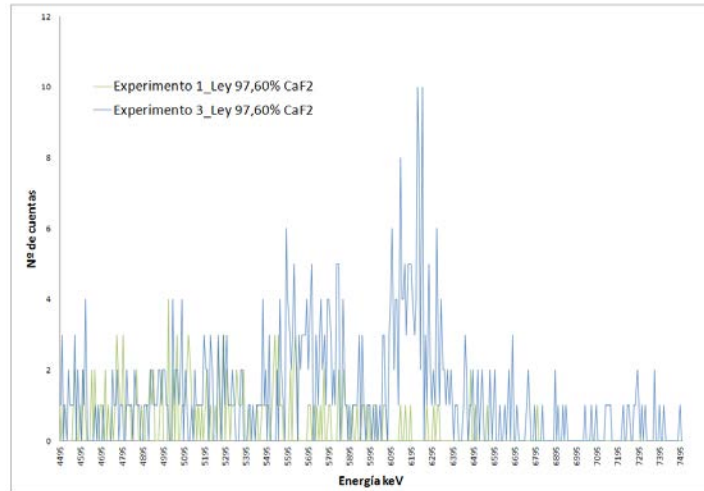


Figura 167. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 1-2011 y 3-2011.

El espectro del detector BGO muestra dos picos, mientras que el espectro del NaI no muestra ningún pico.

Respecto a los valores del parámetro P1- 2007 y P2, los resultados se detallan en la Tabla 31.



**Tabla 31. Estudio del tipo de detector: Comparación de P entre el Experimento 1-2011 y 3-2011.**

2 minutos de activación 25s de lectura T=145s, n=1			
		Serie 1 Experimento 1-2011 (NaI)	Serie 1 Experimento 3-2011 (BGO)
Denominación de la muestra (2011)	Ley (%)	Parámetro P1-2007	Parámetro P2
Muestra 1	2,28	0	3
Muestra 2	11,39	28	6
Muestra 3	27,05	22	72
Muestra 4	42,05	51	74
Muestra 5	59,92	55	139
Muestra 6	76,50	78	140
Muestra 7	90,98	116	186
Muestra 8	97,60	109	226

De los datos de los Experimentos 1-2011 y 3-2011 reflejados en la Tabla 31, se comprueba que el parámetro P2 es significativamente mayor en el experimento 3-2011 sobre todo para valores altos de la ley.

2. Comparación entre el Experimento 2-2011 y 4-2011.

En la Figura 168 se observa:

- en color verde se representa el espectro de rayos gamma leído con el detector de NaI(Tl).
- en color azul, se observa el espectro de rayos gamma leído con el detector BGO.

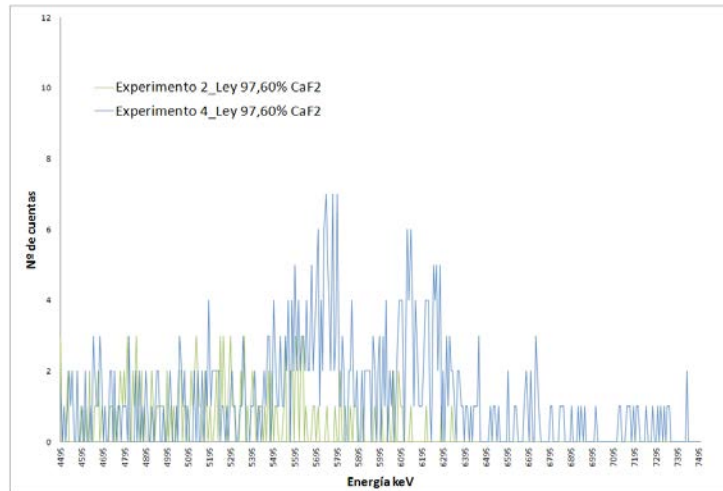


Figura 168. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 2-2011 y 4-2011.

Al igual que en el caso anterior, el espectro del detector BGO muestra dos picos, mientras que el espectro de NaI no.

Se expone en la Tabla 32 los valores del parámetro P1- 2007 y P2 para los experimentos 2-2011 y 4-2011.

Tabla 32. Estudio del tipo del detector: Comparación entre el Experimento 2-2011 y 4-2011

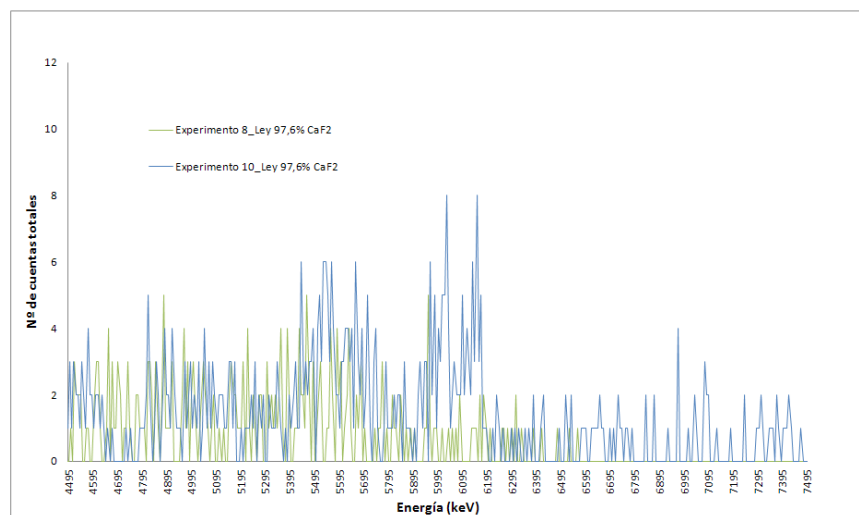
1 minuto de activación 25s de lectura T=85s, n=1			
		Serie 1 Experimento 2-2011 (NaI)	Serie 1 Experimento 4-2011 (BGO)
Denominación de la muestra	Ley (%)	Parámetro P1-2007	Parámetro P2
Muestra 1	2,28	0	0
Muestra 2	11,39	18	14
Muestra 3	27,05	40	60
Muestra 4	42,05	54	80
Muestra 5	59,92	69	141
Muestra 6	76,50	105	182
Muestra 7	90,98	126	217
Muestra 8	97,60	111	234



Asimismo, el parámetro P para cada muestra difiere entre experimentos, siendo, como en el caso anterior considerablemente mayor en el detector BGO.

### 3. Comparación entre el Experimento 8-2011 y 10-2011.

En la Figura 169 se muestran los espectros recogidos para la ley 97,6% según los experimentos anteriores, donde, en color verde se ha representado el espectro con el detector de NaI (Experimento 8-2011) y en azul el espectro con el detector BGO (Experimento 10-2011).



**Figura 169. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 8-2011 y 10-2011.**

Se observan, como en los casos anteriores los dos picos del espectro en el experimento con BGO.

En la Tabla 33 se exponen los parámetros P1-2007 y P2 según los Experimentos 8-2011 y 10-2011.



**Tabla 33. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 8-2011 y 10-2011**

72,5s de activación 72,5s de lectura T=145s, n=1			
		Serie 3 Experimento 8-2011 (NaI)	Serie 3 Experimento 10-2011 (BGO)
Denominación de la muestra	Ley (%)	Parámetro P1-2007	Parámetro P2
Muestra 1	2,28	0	10
Muestra 2	11,39	14	33
Muestra 3	27,05	21	36
Muestra 4	42,05	47	93
Muestra 5	59,92	79	151
Muestra 6	76,50	106	137
Muestra 7	90,98	114	245
Muestra 8	97,60	142	213

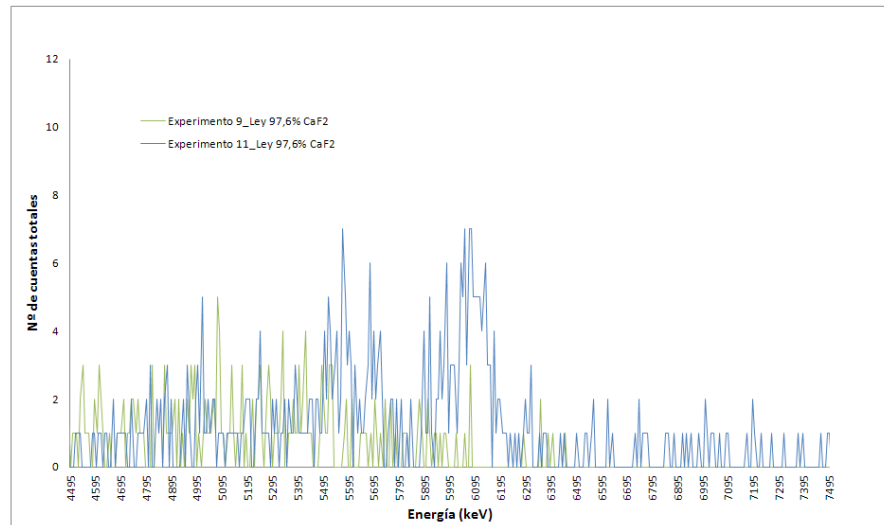
Como en los casos anteriores, el parámetro P2 del experimento 10-2011 es significativamente superior al parámetro P1-2007 del experimento con detector de NaI.

#### 4. Comparación entre el Experimento 9-2011 y 11-2011

En la Figura 170 se muestran los espectros recogidos para la ley del 97,6% en fluorita, de los experimentos anteriores, donde:

- en color verde representa el espectro de rayos gamma leído con el detector de NaI (Experimento 9-2011), y
- en azul, el espectro de rayos gamma leído con el detector BGO (Experimento 11-2011).





**Figura 170. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 9-2011 y 11-2011.**

Se observa claramente el espectro BGO con dos picos correspondientes al decaimiento del  $^{16}\text{N}$ , mientras que esto no se observa en el espectro del detector de NaI.

En la Tabla 34 se exponen los resultados de los Experimentos 9-2011 y 11-2011.



**Tabla 34. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 9-2011 y 11-2011**

42,5s de activación 42,5s de lectura T=85s, n=1			
		Serie 3 Experimento 9-2011 (NaI)	Serie 3 Experimento 11-2011 (BGO)
Denominación de la muestra	Ley (%)	Parámetro P1-2007	Parámetro P2
Muestra 1	2,28	16	0
Muestra 2	11,39	26	15
Muestra 3	27,05	45	46
Muestra 4	42,05	73	80
Muestra 5	59,92	78	132
Muestra 6	76,50	97	168
Muestra 7	90,98	117	181
Muestra 8	97,60	148	219

El parámetro P2 es considerablemente mayor en el experimento 11-2011 que el correspondiente del experimento 9-2011.

5. Comparación entre el Experimento 35-2011 y 38-2011.

En la Figura 171 se muestran los espectros recogidos para la muestra de 97,60% según estos experimentos, donde, en color verde se ha representado el espectro con el detector de NaI (Experimento 38-2011) y en azul el espectro con el detector BGO (Experimento 35-2011).

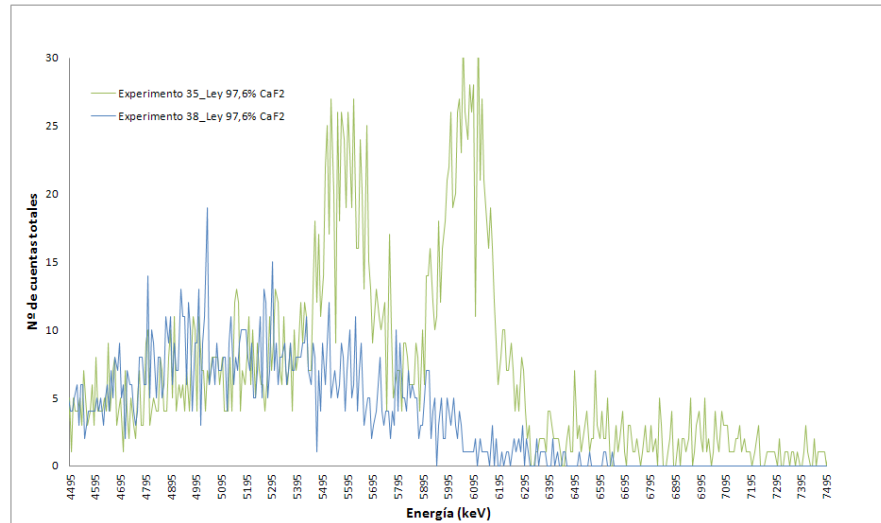


Figura 171. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 35-2011 y 38-2011.

En este espectro se observan con mayor nitidez los picos correspondientes al  $^{16}\text{N}$  con el detector BGO, mientras que con el detector NaI, se ve un pico más ancho y más bajo.

Finalmente, se detalla en la Tabla 35 el parámetro P1-2007 del experimento 38-2011 frente al parámetro P2 del experimento 35-2011.



**Tabla 35. Estudio del tipo de detector: Comparación entre el Experimento 35-2011 y 38-2011**

<b>11,213 s de activación 11,213s de lectura T=300s; n=13 ciclos</b>			
		<b>Serie 8 Experimento 38-2011 (NaI)</b>	<b>Serie 300 Experimento 35-2011 (BGO)</b>
<b>Denominación de la muestra</b>	<b>Ley (%)</b>	<b>Parámetro P1-2007</b>	<b>Parámetro P2</b>
<b>Muestra 1</b>	<b>2,28</b>	15	36
<b>Muestra 2</b>	<b>11,39</b>	97	175
<b>Muestra 3</b>	<b>27,05</b>	231	410
<b>Muestra 4</b>	<b>42,05</b>	392	575
<b>Muestra 5</b>	<b>59,92</b>	595	865
<b>Muestra 6</b>	<b>76,50</b>	733	1224
<b>Muestra 7</b>	<b>90,98</b>	946	1496
<b>Muestra 8</b>	<b>97,60</b>	1041	1580

En este caso el parámetro P2 es considerablemente mayor que el P1-2007.

## 6.4 Estudio del error de la medida

En este apartado se estudia el error en la medida de los diferentes parámetros determinados a partir del espectro de la radiación gamma emitido por la muestra irradiada con objeto de estimar la ley en fluorita en muestras de espato flúor. Para ello, se comparan los resultados de los experimentos-2011 que, repetidos tres veces se han realizado:

- o bien bajo las mismas condiciones de medida, es decir, iguales tiempos de activación y lectura. En este caso, se comparan los resultados obtenidos con:
  - muestras de espato flúor con la misma ley,
  - el mismo tipo de recipiente contenedor de la muestra,



- distinto tipo de detector,
- o bien bajo diferentes condiciones de medida. En este caso se comparan los resultados obtenidos con:
  - muestras de espato flúor con la misma ley,
  - el mismo tipo de recipiente contenedor de la muestra,
  - con el mismo tipo de detector.

Estos experimentos corresponden con los de las series 1 y 2 e incluyen en total 7 experimentos que se, como se ha indicado anteriormente, se han repetido tres veces. En cada uno de los experimentos se ha procedido a activar ocho muestras de espato flúor de leyes en  $\text{CaF}_2$  que abarcan un rango comprendido entre 2,28 y 97,60%. También se ha realizado un ensayo sin muestra para determinar el espectro del fondo. En número total de análisis de activación es de 168 (7 experimentos · 8 muestras por experimento · 3 ensayos cada muestra). Se han utilizado dos tipos de detectores NaI y BGO.



Tabla 36. Resumen de experimentos-2011.

Serie	Nº Experimento-2011	Detector	Parámetros de proceso [s]	
1	Experimento 1	NaI	$ta=120$ $T=145$	$t/=25$ $n=1$
	Experimento 2	NaI	$ta=60$ $T=85$	$t/=25$ $n=1$
	Experimento 3	BGO	$ta=120$ $T=145$	$t/=25$ $n=1$
	Experimento 4	BGO	$ta=60$ $T=85$	$t/=25$ $n=1$
2	Experimento 5	BGO	$ta=12,175$ $T=100$	$t/=12,175$ $n=4$
	Experimento 6	BGO	$ta=12,8$ $T=210$	$t/=12,8$ $n=8$
	Experimento 7	BGO	$ta=13,136$ $T=350$	$t/=13,136$ $n=13$

Se ha seleccionado como parámetro de comparación:

- el Parámetro P1-2007, que representa la suma del número de cuentas efectivas (después de restar las cuentas de un experimento sin muestra), incluidas en el rango de energías comprendido entre 4500 y 6000keV cuando se emplea un detector de NaI(Tl).
- El Parámetro P2 (que representa la suma del número de cuentas efectivas incluidas en el intervalo de energías 5250 y 6250keV) cuando se emplea un detector BGO.

A continuación se muestra detalladamente el protocolo seguido para el estudio del error en la medida del experimento 1-2011:

- Se han obtenido los tres espectros resultantes de los ensayos de repetición A, B y C. Para una mejor visualización de los resultados, en la Figura 172 se han representado únicamente los tres ensayos de repetitividad para la ley del 97,60% en fluorita.
- Al ser un ensayo realizado con un detector de NaI, se ha determinado la



suma del número de cuentas en el intervalo de energías entre 4500 y 6000 keV (Figura 173).

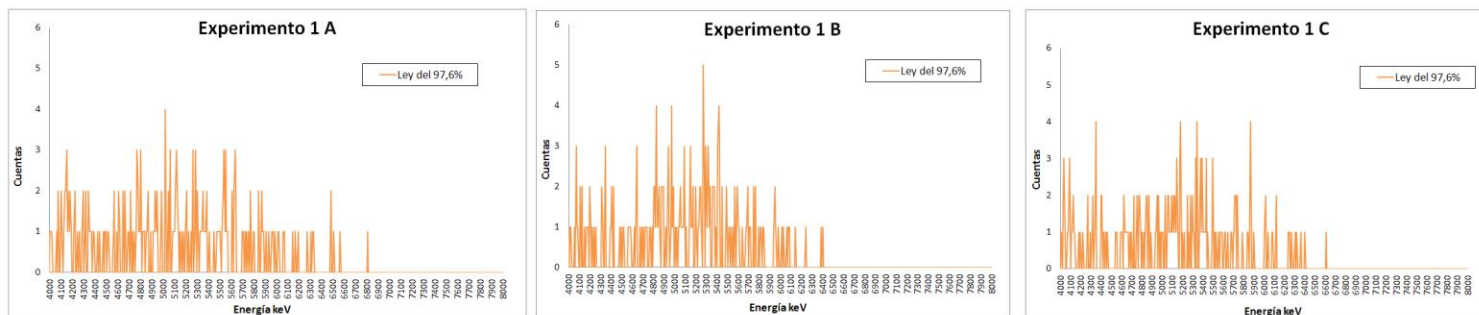


Figura 172. Espectros resultantes de los ensayos de repetitividad del experimento 1-2011 para la ley del 97,6% en fluorita.

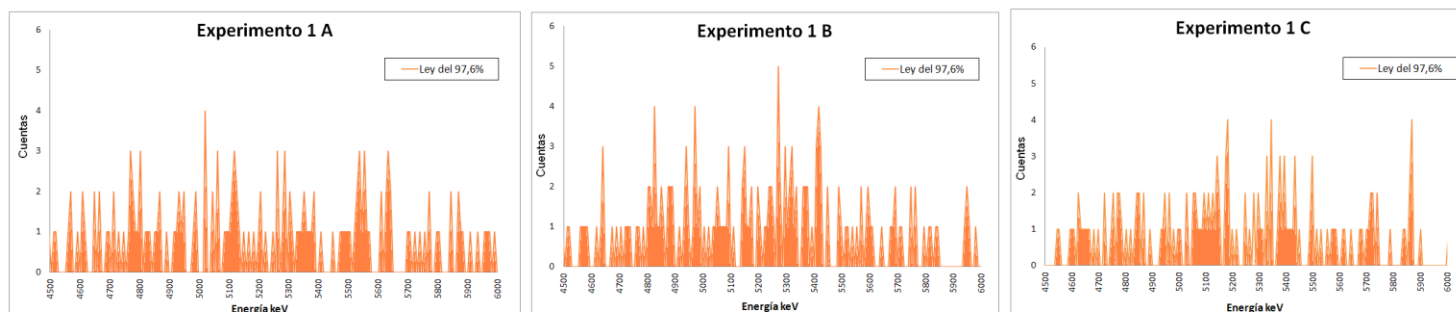


Figura 173. Estudio de los espectros resultantes de los ensayos de repetitividad del experimento 1-2011. Marcado en naranja se muestra el área que define el Parámetro P1.





- c. Se calcula el P1-2007 promedio del fondo en los tres ensayos del experimento para el intervalo de energías correspondiente (Tabla 37).

Tabla 37. Cuentas leídas en el experimento 1-2011 y en el Parámetro P1-2007 según la ley de la muestra.

<b>EXPERIMENTO 1-2011</b>			
<b>Ley de la muestra [%]</b>	<b>P1-2007 en experimento de fondo</b>		
	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>
<b>0</b>	36	32	34
<b>P1-2007 promedio del fondo</b>	<b>34</b>		

- d. Se calcula el parámetro P1-2007 del experimento en cada ensayo como la diferencia entre la suma de cuentas del punto b anterior y el parámetro P1-2007 del punto c, (en este caso es 34).

Tabla 38. Cálculo del parámetro P1-2007 para cada ley del experimento 1-2011.

<b>Ley de la muestra [%]</b>	<b>P1-2007 del experimento</b>		
	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>
<b>0</b>	-	-	-
<b>2,28</b>	0	0	3
<b>11,39</b>	30	18	8
<b>27,05</b>	24	26	38
<b>42,05</b>	53	42	35
<b>59,92</b>	57	62	73
<b>76,5</b>	80	99	93
<b>90,98</b>	118	113	105
<b>97,6</b>	111	128	106

- e. Se calcula el error relativo de cada ensayo (Tabla 39).



f. Se calcula el valor promedio del error para todas las muestras en el experimento. A este valor promedio se le ha denominado  $\Psi$  (Tabla 39).

Tabla 39. Cálculo del error relativo de cada ensayo y valor promedio del error relativo ( $\Psi$ ).

<b>EXPERIMENTO 1-2011</b>				
<b>Ley de la muestra [%]</b>	<b>Error relativo de cada ensayo</b>			<b>Promedio <math>\Psi</math></b>
	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	
<b>2,28</b>	1	1	2	-
<b>11,39</b>	0,6071	0,0357	0,5714	0,404
<b>27,05</b>	0,1818	0,1136	0,2954	0,1969
<b>42,05</b>	0,2230	0,0307	0,1923	0,1487
<b>59,92</b>	0,1093	0,0312	0,1406	0,0937
<b>76,5</b>	0,1176	0,0919	0,0257	0,0784
<b>90,98</b>	0,0535	0,0089	0,0625	0,0416
<b>97,6</b>	0,03478	0,1130	0,0782	0,07536

El protocolo descrito para el experimento 1-2011 se ha repetido para los distintos experimentos que componen las series 1 y 2.

A continuación se muestran una serie de tres gráficas para cada uno de los distintos experimentos-2011:

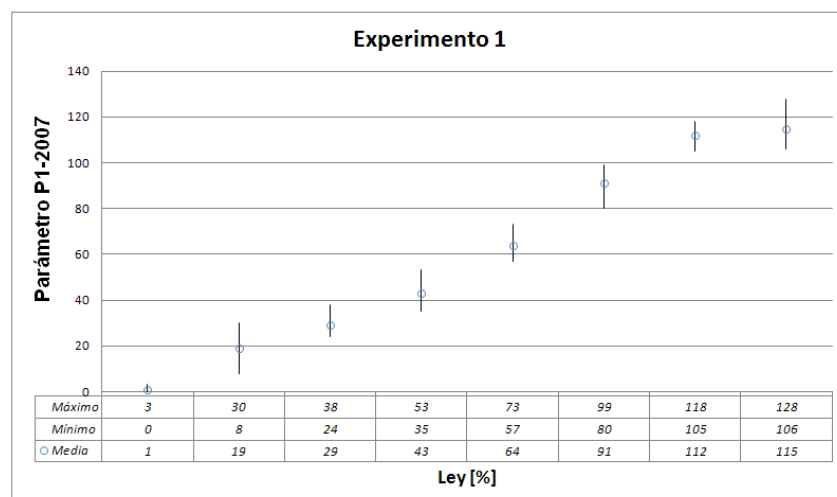
- Parámetro P1-2007 vs ley o Parámetro P2 vs ley (según sea el ensayo con detector NaI o BGO respectivamente). Este tipo de representación permite apreciar a través de una línea vertical la dispersión entre los datos obtenidos para los diferentes ensayos. La longitud de esta línea está directamente relacionada con el error relativo. En las tablas anexas a las distintas figuras se expresan para cada ley el número de cuentas máximo, mínimo y medio de los tres ensayos.



- Error relativo de cada ensayo *vs* el Parámetro P1-2007 o error relativo de cada ensayo *vs* el Parámetro P2 (según sea el ensayo con detector NaI o BGO respectivamente), para cada uno de los ensayos. Este gráfico permite determinar si hay una relación entre el parámetro de comparación y el error.
- Error relativo promedio  $\Psi$  *vs* ley, que permite observar si existe una relación entre el error y la ley.

Se comentan seguidamente los resultados más relevantes de cada experimento-2011 a partir de las gráficas así como la relación ( $F_p/C$ ) entre el Parámetro P1-2007 o P2 medio, (según sea el caso), del ensayo de fondo y el de la muestra con una ley del 97,60%

1. En el Experimento 1-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas efectivas son de 0 y 128 respectivamente (Figura 174). El Parámetro P1-2007 medio del fondo durante el Experimento 1-2011 fue de 34 cuentas, un valor muy elevado ( $F_p/C=26\%$ ) respecto al Parámetro P1-2007 medio de la muestra del 97,60%.



**Figura 174. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 1-2011.**



El error relativo en el Experimento 1-2011 es muy elevado cuando el número de cuentas es inferior a 60, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 60, el error se reduce a menos del 15% (Figura 175).

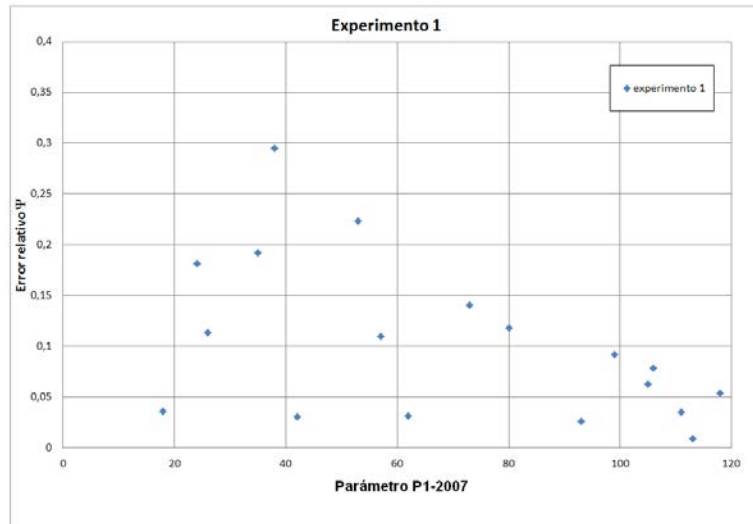


Figura 175. Error relativo respecto al Parámetro P1-2007 del Experimento 1-2011.

En la Figura 176 se observa que para leyes mayores del 50%, el error relativo es inferior al 10%

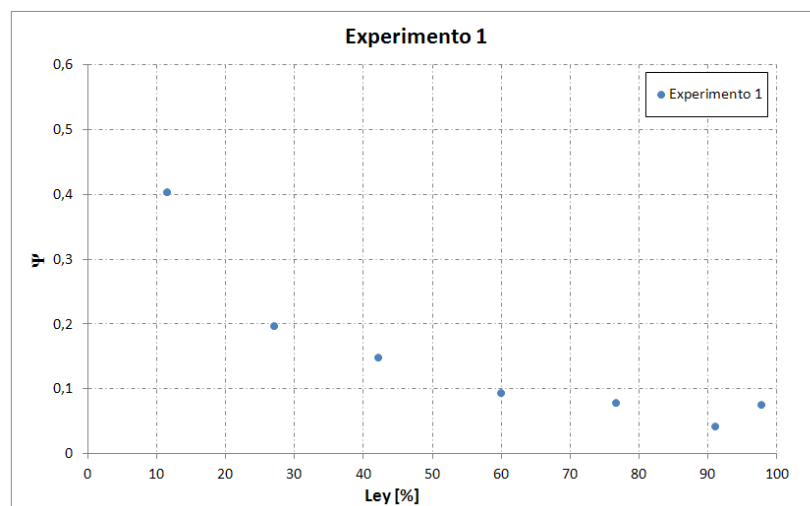


Figura 176. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento1-2011.

2. En el Experimento 2-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son



de 0 y 131, respectivamente (Figura 177). El fondo medido durante el Experimento 2-2011 fue de 33 cuentas.

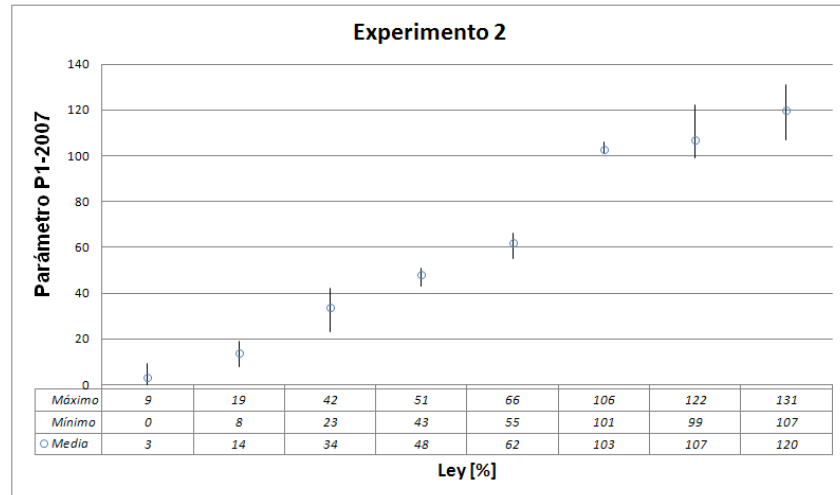


Figura 177. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 2-2011.

En este experimento, el error relativo es muy elevado cuando el número de cuentas es inferior a 60, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 60, el error se reduce a menos del 15% (Figura 178).

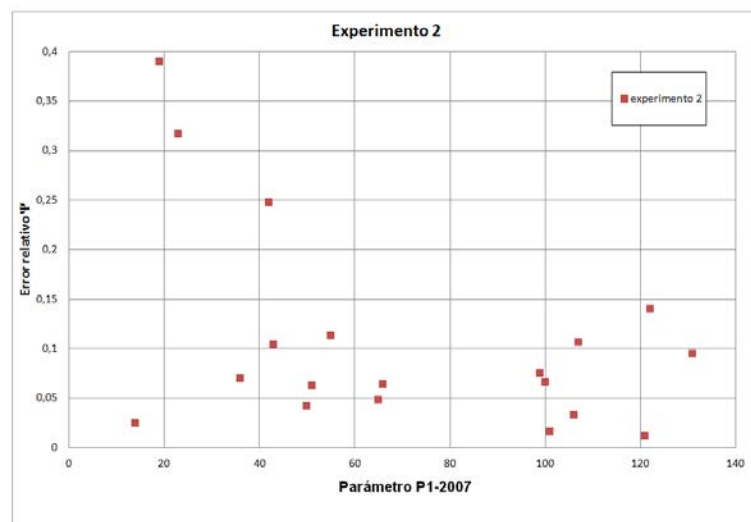


Figura 178. Error relativo respecto al Parámetro P1-2007 del Experimento 2-2011.

En la Figura 179 se observa que para leyes mayores del 30%, el error



relativo es inferior al 10%.

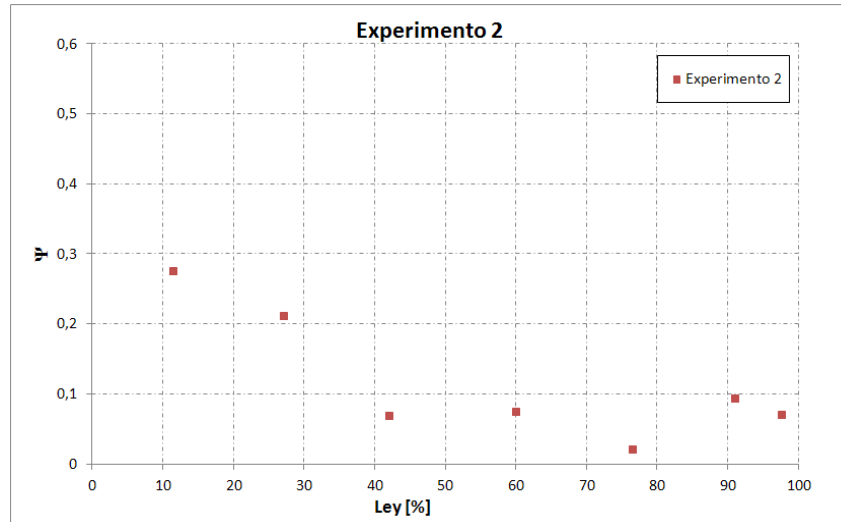


Figura 179. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 2-2011.

- En el Experimento 3-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son de 0 y 233 respectivamente (Figura 180). El fondo medido durante el Experimento 3-2011 fue de 46 cuentas.

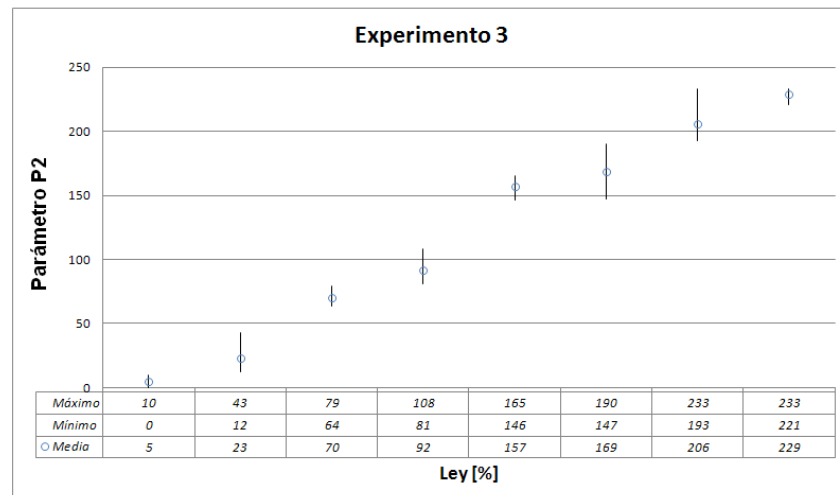


Figura 180. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 3-2011.

El error relativo del Experimento 3-2011 es muy elevado cuando el número de cuentas es inferior a 125, y sin embargo, cuando el número de



cuentas es superior a 125, el error se reduce a menos del 15% (Figura 181).

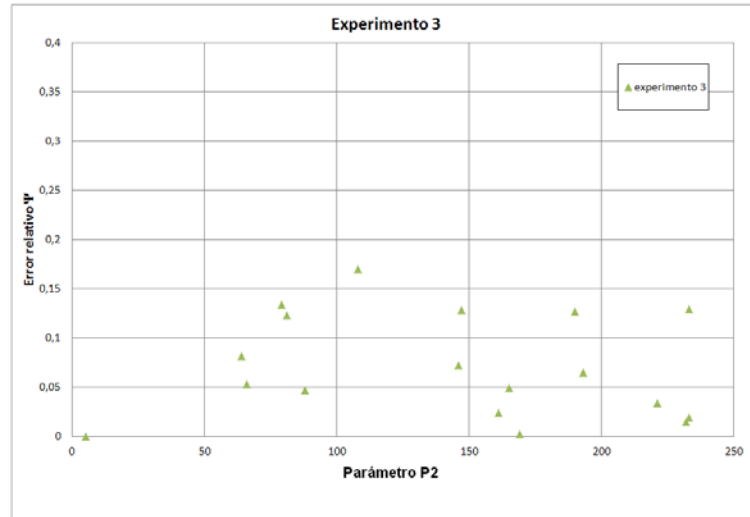


Figura 181. Error relativo respecto al Parámetro P2 del Experimento 3-2011.

En la Figura 182 se observa que para leyes mayores del 45%, el error relativo es inferior al 10%

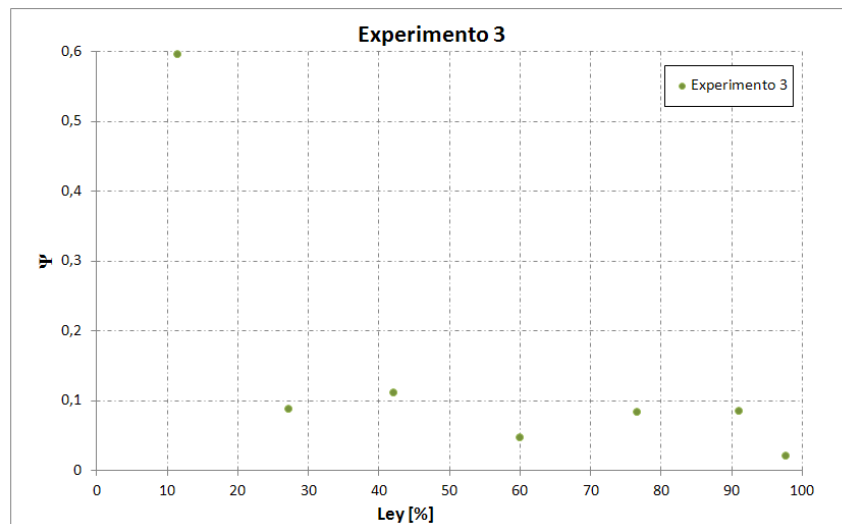
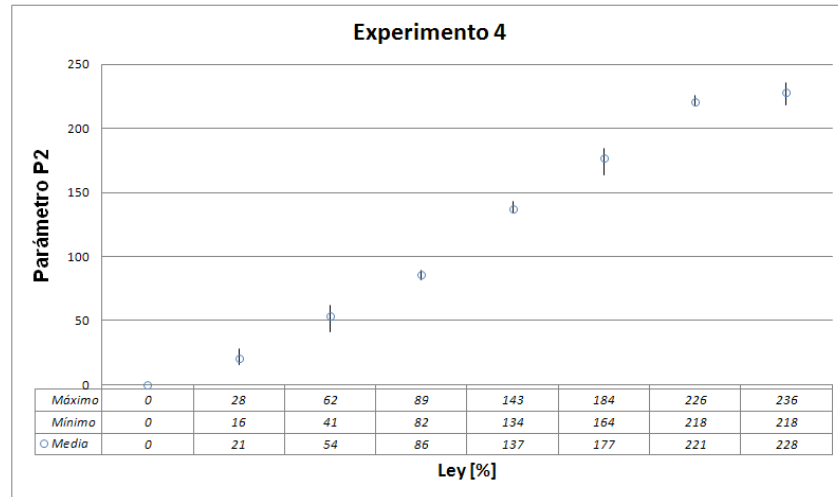


Figura 182. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 3-2011.

4. En el Experimento 4-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son de 0 y 236 respectivamente (Figura 183). El fondo medido durante el

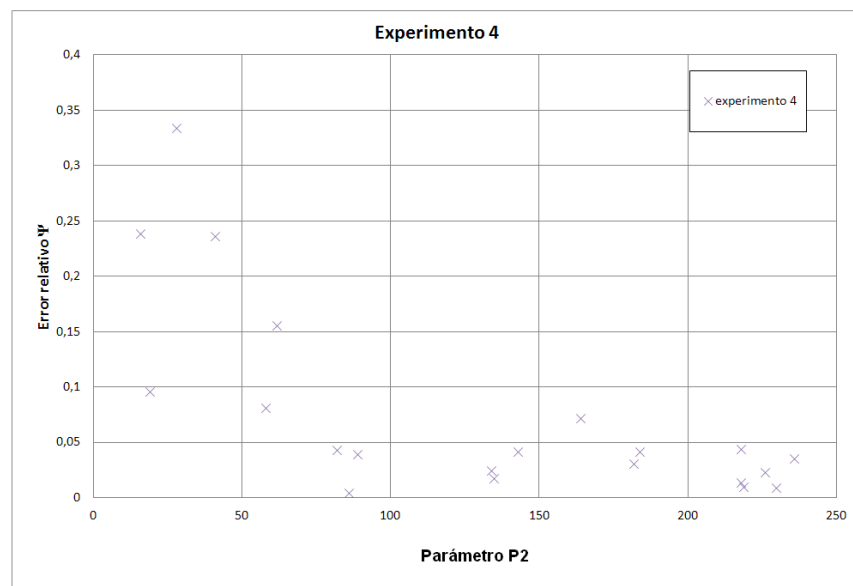


Experimento 4-2011 fue de 51 cuentas.



**Figura 183. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 4-2011.**

El error relativo es muy elevado en el Experimento 4-2011 cuando el número de cuentas es inferior a 125, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 125, el error se reduce a menos del 10% (Figura 184).



**Figura 184. Error relativo respecto al Parámetro P2 del Experimento 4-2011.**





En la Figura 185 se observa que para leyes mayores del 30%, el error relativo es del orden del 7%.

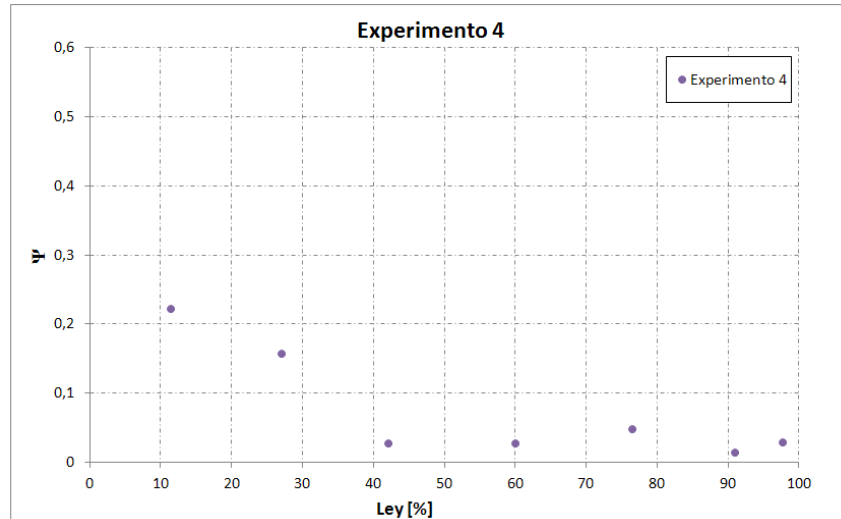


Figura 185. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 4-2011.

- En el Experimento 5-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son de 9 y 527, respectivamente (Figura 186). El fondo medido durante el Experimento 5-2011 fue de 51 cuentas.

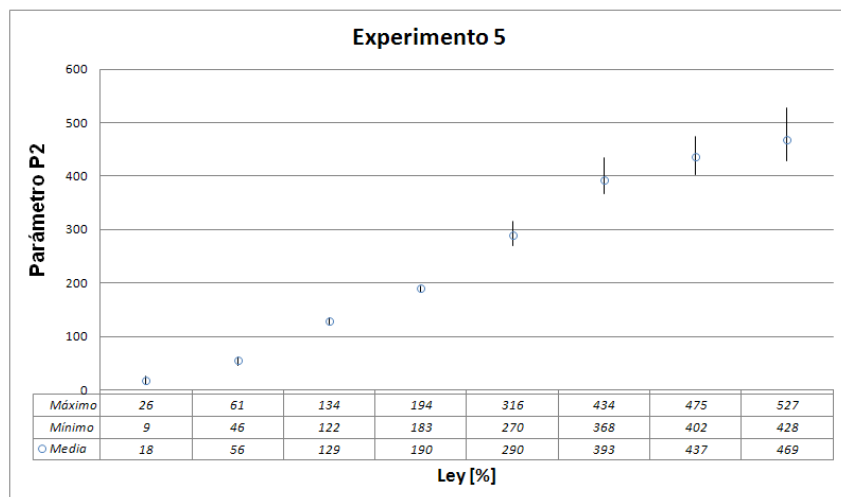


Figura 186. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 5-2011.

El error relativo en el Experimento 5-2011 es muy elevado cuando el



número de cuentas es inferior a 100, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 100, el error se reduce a menos del 15% (Figura 187).

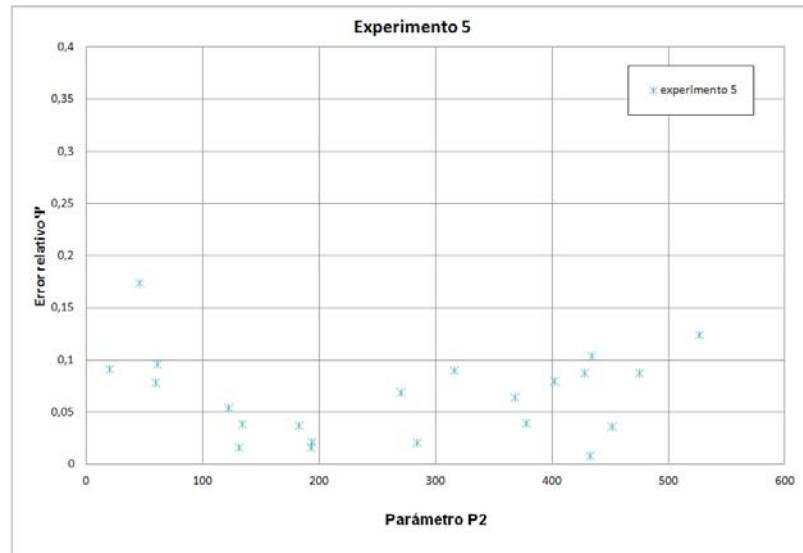


Figura 187. Error relativo respecto al Parámetro P2 del Experimento 5-2011.

En la Figura 188 se observa que para leyes mayores del 20%, el error relativo es inferior al 10%.

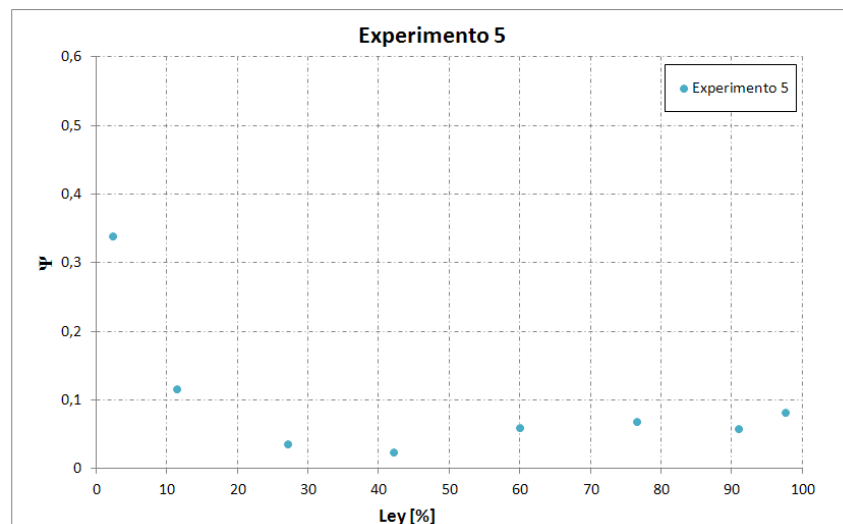


Figura 188. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 5-2011.



6. En el Experimento 6-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son de 8 y 995 respectivamente (Figura 189). El fondo medido durante el Experimento 6-2011 fue de 117 cuentas.

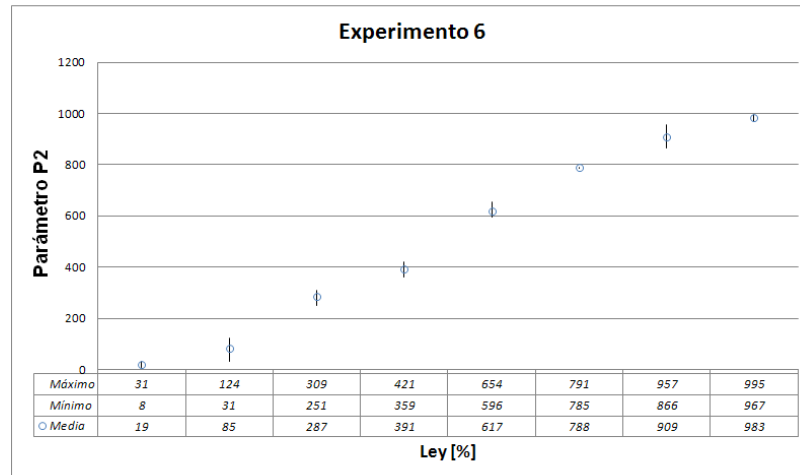


Figura 189. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 6-2011.

El error relativo en el Experimento 6-2011 es muy elevado cuando el número de cuentas es inferior a 400, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 400, el error se reduce a menos del 10% (Figura 190).

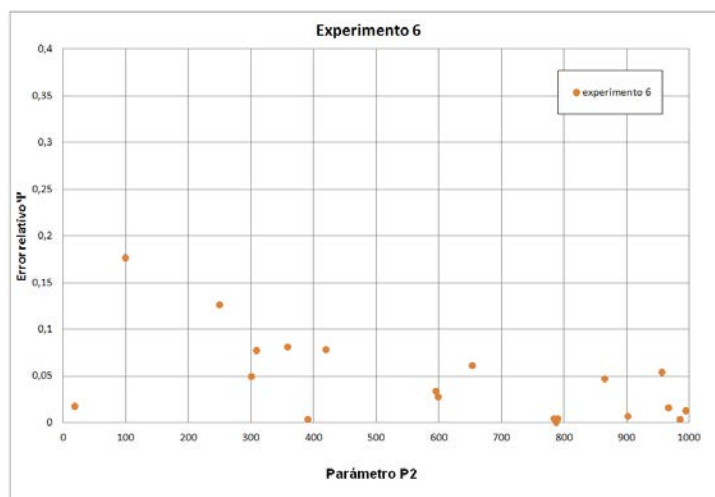


Figura 190. Error relativo respecto al Parámetro P2 del Experimento 6-2011.



En la Figura 191 se observa que para leyes mayores del 30%, el error relativo es inferior al 7%.

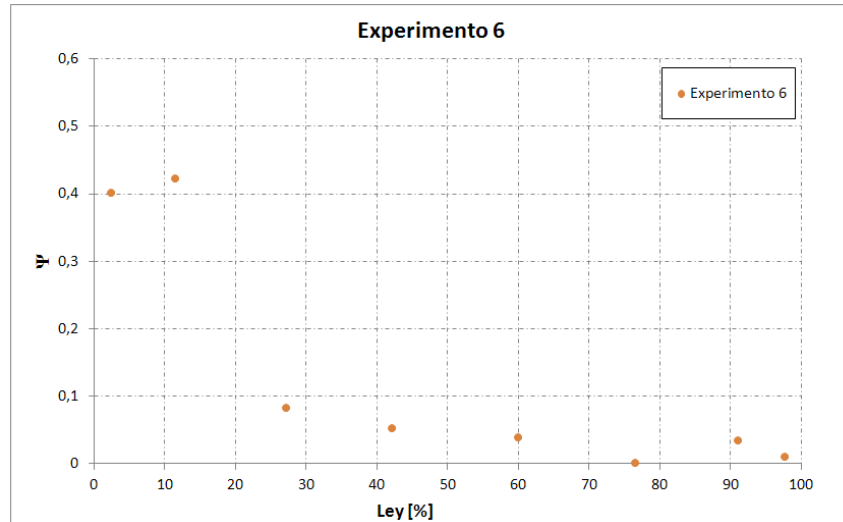


Figura 191. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 6-2011.

7. En el Experimento 7-2011 el mínimo y el máximo número de cuentas son de 22 y 1789 respectivamente (Figura 192). El fondo medido durante el Experimento 7-2011 fue de 188 cuentas.

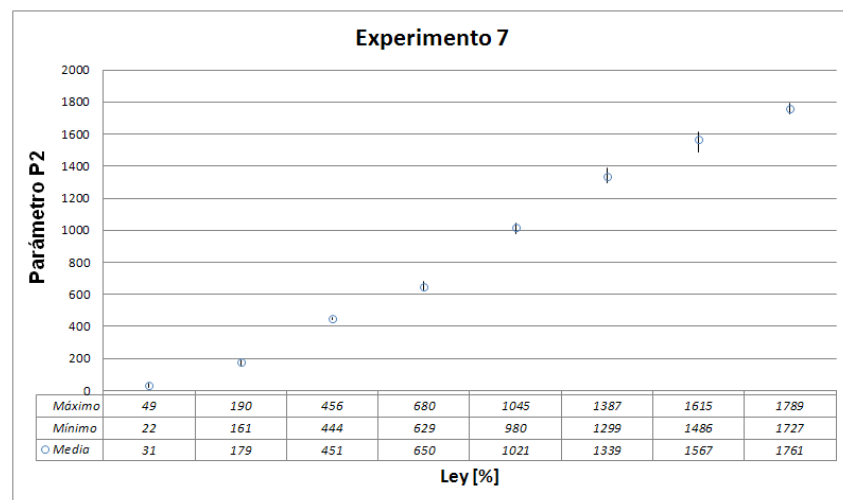


Figura 192. Resultado del ensayo de repetitividad del Experimento 7-2011.

El error relativo en el Experimento 7-2011 es muy elevado cuando el



número de cuentas es inferior a 200, y sin embargo, cuando el número de cuentas es superior a 200, el error se reduce a menos del 5% (Figura 193).

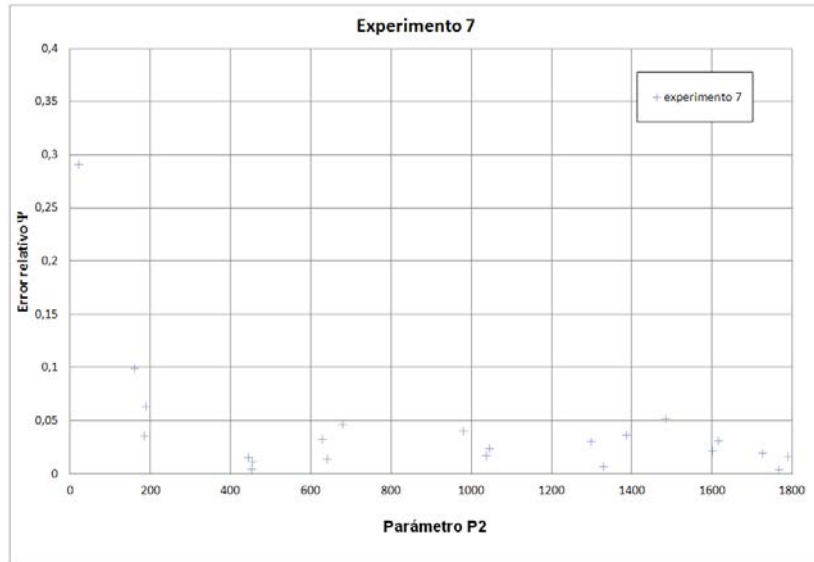


Figura 193. Error relativo respecto al Parámetro P2 del Experimento 7-2011.

En la Figura 194 se observa que para leyes superiores al 8% el error relativo es inferior al 5%.

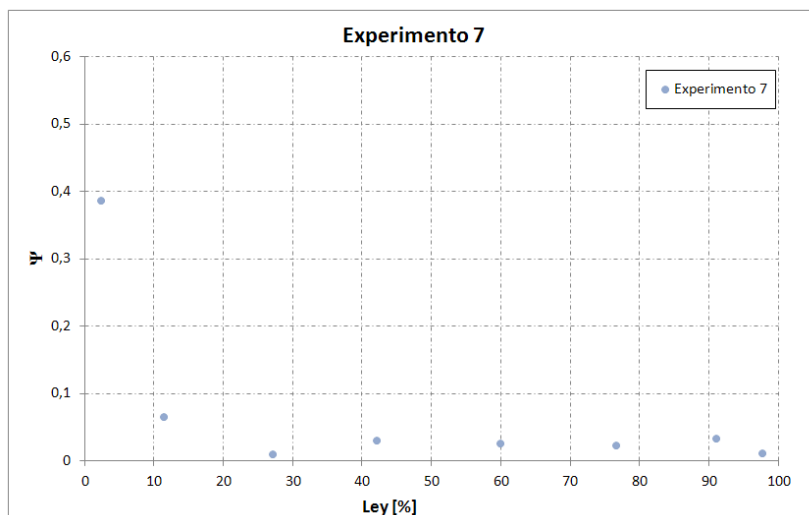


Figura 194. Representación del error relativo respecto a la ley para el Experimento 7-2011.

En el siguiente cuadro se resumen los datos comentados anteriormente.



**Tabla 40. Resumen de los resultados de la determinación del error de medida.**

N° Experimento (2011)	Detector	n	Parámetros P		Error respecto a los parámetros P		Error respecto la ley	
			Mín	Máx	Valor de P	Error $\Psi$	Ley	Error $\Psi$
Experimento 1	NaI	1	0	128	>60	15%	>50%	10%
Experimento 2	NaI	1	0	131	>60	15%	>30%	10%
Experimento 3	BGO	1	0	233	>125	15%	>45%	10%
Experimento 4	BGO	1	0	236	>125	10%	>30%	7%
Experimento 5	BGO	4	9	527	>100	15%	>20%	10%
Experimento 6	BGO	8	8	995	>400	10%	>30%	7%
Experimento 7	BGO	13	22	1789	Todo	10%	>8%	5%

Se deduce del siguiente cuadro, que los menores errores de medida se han obtenido en el experimento 7-2011, en el cual, para todas las muestras de ley mayor del 15%, el error es menor del 5%.

El experimento 7 -2011 es el que tiene un mayor tiempo de proceso ( $T=350s$ ), con un detector BGO y un mayor número de ciclos. En los apartados siguientes, se estudia con más detalle la relación entre el error y diversos factores del proceso como son el parámetro P, la ley, el tipo de detector, etc.

#### 6.4.1 Estudio del error vs parámetros P1-2007 o P2

Parece observarse una dependencia entre el valor del parámetro P1-2007 o P2, según el caso, y el error relativo, de tal manera que al aumentar el parámetro disminuye el error observado.

Para estudiar esta observación se han realizado unas gráficas, en las que se muestran los valores del parámetro de todos los ensayos realizados con todas las muestras de fluorita. En la Figura 195 se muestran los resultados en el



experimento 4A, 4B y 4C (2011). En este gráfico se observa que el parámetro P2 varía en un intervalo que va desde 0 hasta 236.

En la parte de valores de P2 más elevados, el error relativo es más bajo. Se ha denominado “*intervalo de cuentas útil para un error dado*” a la parte de este intervalo (expresado en % respecto al intervalo total), donde el error relativo es menor que dicho valor. Por ejemplo, si se dice que el intervalo de cuentas útil para un error del 5% es del 10% significa que el 10% del intervalo de cuentas presenta un error máximo en la medida menor del 5%. Cuanto mayor sea el intervalo de cuentas útiles, mejor será el experimento. Por ello, podemos considerar este tipo de análisis como un análisis de la calidad del experimento respecto al parámetro P2.

En la Figura 195 se ha representado el intervalo de cuentas útil para el experimento 4-2011. En color rojo indica el intervalo útil para un error del 5%, en color verde el intervalo útil para un error del 10% y en color azul el intervalo útil para un error del 15%.

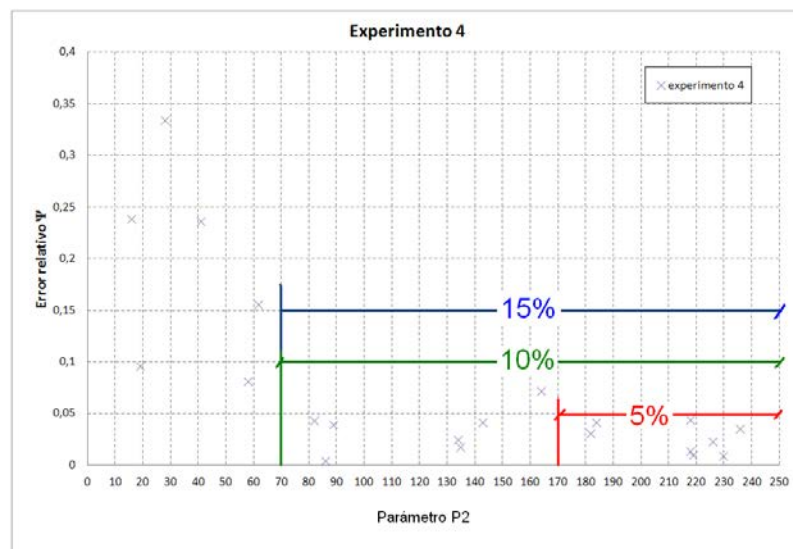


Figura 195. Intervalo de cuentas útil para el error del 5%, del 10% y del 15% en el experimento 4-2011.



De la misma manera, se han determinado los intervalos de cuentas útiles para el resto de los experimentos que se muestran en la Tabla 41.

**Tabla 41. Intervalo de cuentas útiles.**

N° experimento (2011)	detector	n	Intervalo de cuentas útil (en %) con un error por debajo del 5%	Intervalo de cuentas útil (en %) con un error por debajo del 10%	Intervalo de cuentas útil (en %) con un error por debajo del 15%
Experimento 1	NaI	1	-	30	50
Experimento 2	NaI	1	-	7	70
Experimento 3	BGO	1	-	50	50
Experimento 4	BGO	1	32	72	72
Experimento 5	BGO	4	-	71	83
Experimento 6	BGO	8	-	70	80
Experimento 7	BGO	13	95	95	98

Se observa que el experimento con mayor intervalo de cuentas útil para un error del 5% es el del experimento 7-2011 que es el que tiene un detector del tipo BGO y un número de ciclos más elevado. El experimento 4-2011 también tiene un intervalo de cuentas útil para un error del 5% considerable (32%). En el resto de experimentos no hay un intervalo de cuentas donde se pueda garantizar un error menor del 5%. El intervalo de cuentas útil se sitúa siempre en la zona de cuentas más elevada.

En conclusión, los ensayos con menores errores de medida son aquellos con detectores tipo BGO y con mayor número de ciclos.





### 6.4.2 Estudio del error vs ley

Al igual que en el caso anterior, se ha llevado a representación gráfica los valores del error relativo frente a las leyes de las muestras para cada experimento, y se ha denominado “*intervalo de leyes útil para un error dado*” y se expresa en porcentaje respecto al intervalo total de leyes, a la parte de este intervalo donde el error relativo es menor que dicho valor. De una manera similar al caso anterior, se ha representado en la Figura 196 el intervalo de leyes útil para el experimento 4-2011 y se ha expresado en colores rojo, verde y azul los intervalos de leyes útiles para errores del 5, 10 y 15% respectivamente.

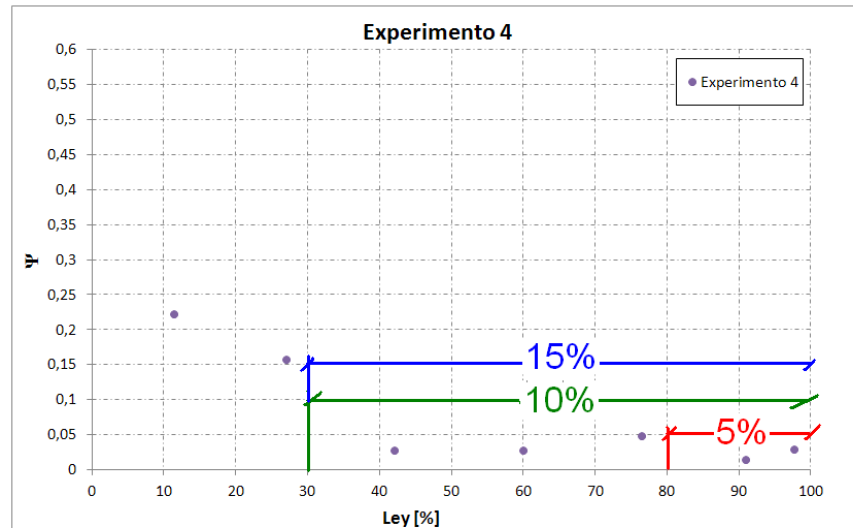


Figura 196. Intervalo de leyes útil para el error del 5%, del 10% y del 15% en el experimento 4-2011.

Este valor se ha llevado a la Tabla 42 junto con los deducidos de los otros experimentos.



Tabla 42. Intervalo de leyes útil.

N° experimento (2011)	Detector	n	Intervalo de leyes útil (en %) con un error por debajo del 5%	Intervalo de leyes útil (en %) con un error por debajo del 10%	Intervalo de leyes útil (en %) con un error por debajo del 15%
Experimento 1	NaI	1	-	50	70
Experimento 2	NaI	1	-	70	70
Experimento 3	BGO	1	-	50	85
Experimento 4	BGO	1	20	70	70
Experimento 5	BGO	4	-	90	98
Experimento 6	BGO	8	60	80	85
Experimento 7	BGO	13	80	90	98

Se observa que los experimentos cíclicos obtienen un intervalo de leyes útil en general, mayor que los experimentos no cíclicos. En el experimento 7-2011 el error por debajo del 5% se encuentra en prácticamente todo el rango de leyes.

En consecuencia, se puede asegurar que el error en un experimento cíclico con un alto número de ciclos es siempre menor del 5%, para todo el intervalo de leyes del mineral. El intervalo de leyes útil se sitúa siempre en la zona de leyes más elevadas.

### 6.4.3 Estudio del error según el tipo de detector

Para estudiar la influencia del tipo de detector, se comparan los resultados de dos experimentos de un único ciclo: los experimentos 1-2011 y 3-2011 ambos realizados con un tiempo de activación de 120s, y los experimentos 2-2011 y 4-2011 realizados con un tiempo de activación de 60s.



En las siguientes figuras se representa el error relativo respecto a la ley, en los experimentos mencionados.

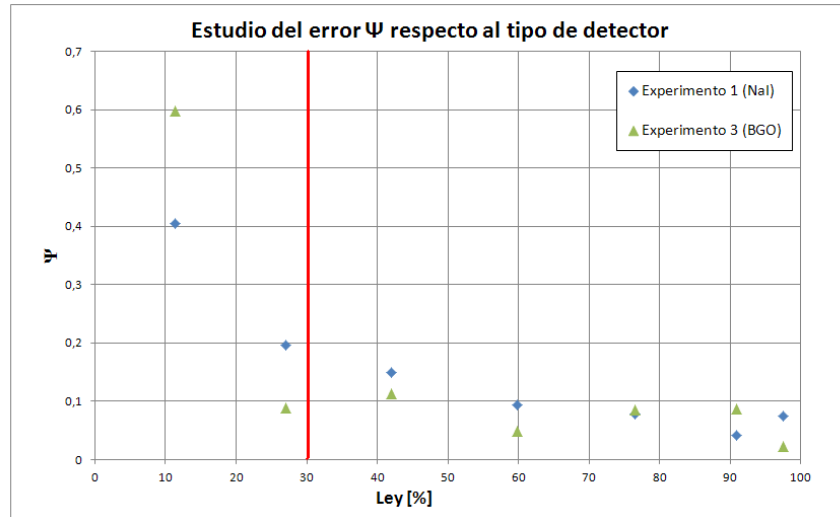


Figura 197. Estudio del error relativo  $\Psi$  en los Experimentos 1-2011 y 3-2011 realizados ambos con tiempos de activación de 120s y de lectura de 25s.

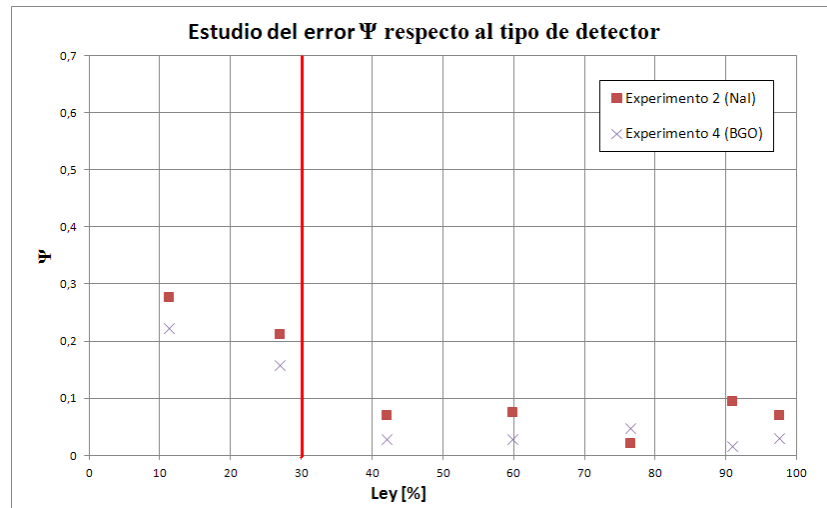


Figura 198. Estudio del error relativo  $\Psi$  en los Experimentos 1-2011 y 3-2011 realizados ambos con tiempos de activación de 60s y de lectura de 25s.

De estas figuras se deduce que:

- para leyes menores del 30%, el error relativo de la medida entre ambos



detectores, es mayor que error relativo en leyes mayores del 30%.

- Generalmente, el error relativo es siempre menor cuando se emplea un detector BGO.

#### 6.4.4 Estudio del error respecto al tiempo de activación

Para estudiar la influencia del tiempo de activación, se comparan los resultados de dos experimentos de un ciclo: los experimentos 1-2011 y 2-2011 realizados con el mismo tipo de detector de NaI y diferente tiempo de activación, y los experimentos 3-2011 y 4-2011 realizados ambos con un detector BGO y diferente tiempos de activación.

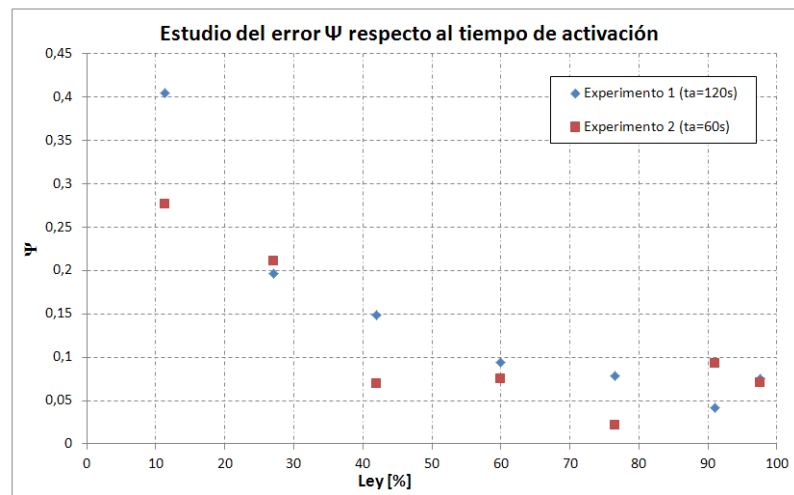
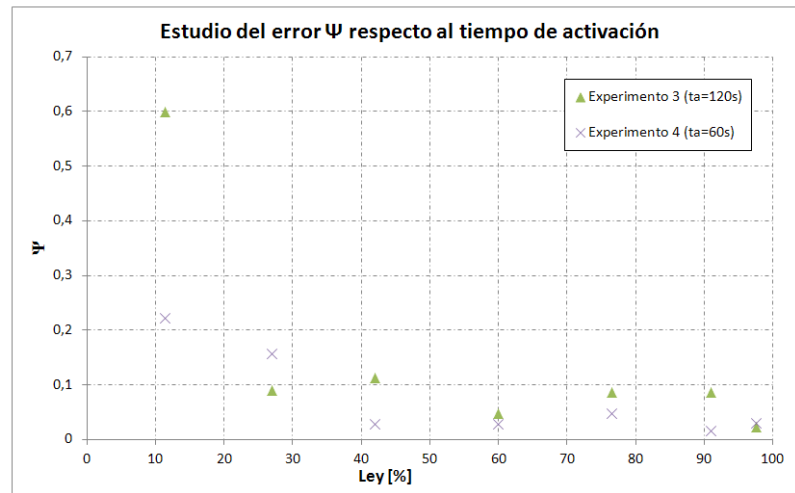


Figura 199. Estudio del error relativo  $\Psi$  en los Experimentos 1-2011 y 2-2011 realizados ambos con un detector de NaI.



**Figura 200.** Estudio del error relativo  $\Psi$  en los Experimentos 3-2011 y 4-2011, realizados ambos con un detector BGO.

De las figuras se deduce lo siguiente:

- Entre el ensayo 1 y 2, en 4 veces el experimento 1-2011 tiene un error ligeramente mayor que el 2 y en dos ocasiones el experimento 2-2011 tiene un error ligeramente mayor que el 1, por lo que se puede deducir que el experimento con menor tiempo de activación tiene un error ligeramente menor.
- A este mismo resultado se llega comparando los experimentos 3-2011 y 4-2011.

En conclusión, los errores son ligeramente mayores cuanto mayor es el tiempo de activación, si bien, el grado de error es muy parecido.

## 6.5 Relación entre la ley en fluorita y el parámetro P2

Para cada experimento de cada serie se ha determinado el coeficiente de correlación entre la ley de la muestra (en tanto por ciento) y el Parámetro P2 con un nivel de confianza del 95%. Para ello, y en primer lugar, se ha elaborado una



tabla como la siguiente Tabla 43 en la que se resumen los datos del experimento 36-2011.

Tabla 43. Cálculo del coeficiente de correlación ley-Parámetro P2 para el experimento 36-2011.

Experimento 36-2011	Ley de la muestra [%]	Parámetro P2
	0	0
	2,28	13
	11,39	155
	27,05	371
	42,05	548
	59,92	941
	76,05	1199
	90,98	1477
	97,60	1563

A partir de estos datos se ha realizado una regresión lineal mediante Excel con un nivel de confianza del 95% a una recta. La ecuación resultante es la siguiente:

$$y=15,743 \cdot x$$

En las siguientes tablas se resumen los datos estadísticos de la regresión:

Tabla 44. Estadísticas de la regresión.

Estadísticas de la regresión	
Coefficiente de correlación múltiple	0,99776125
Coefficiente de determinación R <sup>2</sup>	0,99552752
R <sup>2</sup> ajustado	0,99488859
Error típico	44,1139369
Observaciones	9

En la Tabla 44 se observa que el coeficiente de correlación es de 0,9948.

La ecuación resultante junto con los datos experimentales se ha representado en la Figura 201.

Asimismo, se ha realizado y repetido el mismo procedimiento al resto de los experimentos-2011 de cada serie y se han obtenido las siguientes ecuaciones de



las regresiones lineales que se representan junto con la gráfica de datos experimentales:

- en la Figura 202 para la serie 100,
- en la Figura 203 para la serie 200 y,
- en la Figura 204 para la serie 300.

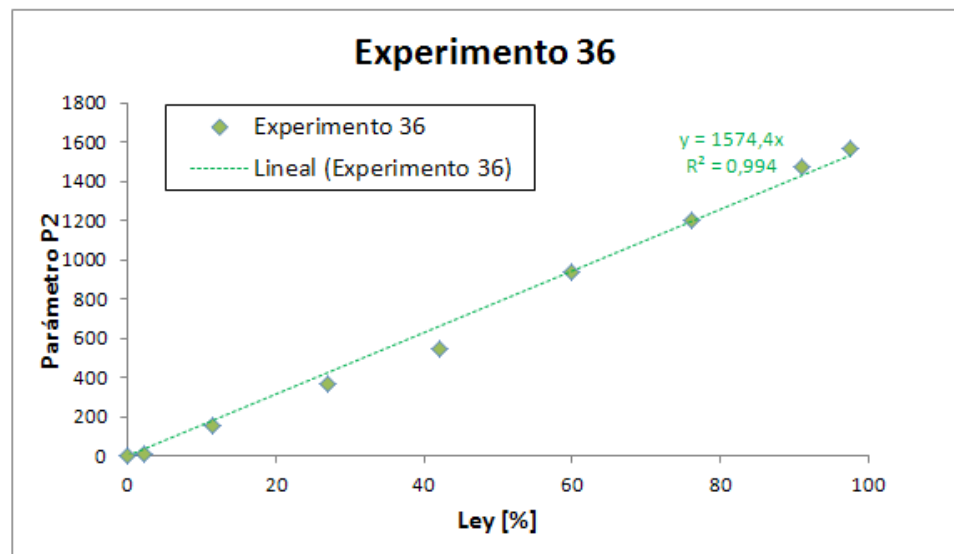


Figura 201. Representación gráfica de la correlación entre la ley y el Parámetro P2 del experimento 36-2011.



## SERIE 100

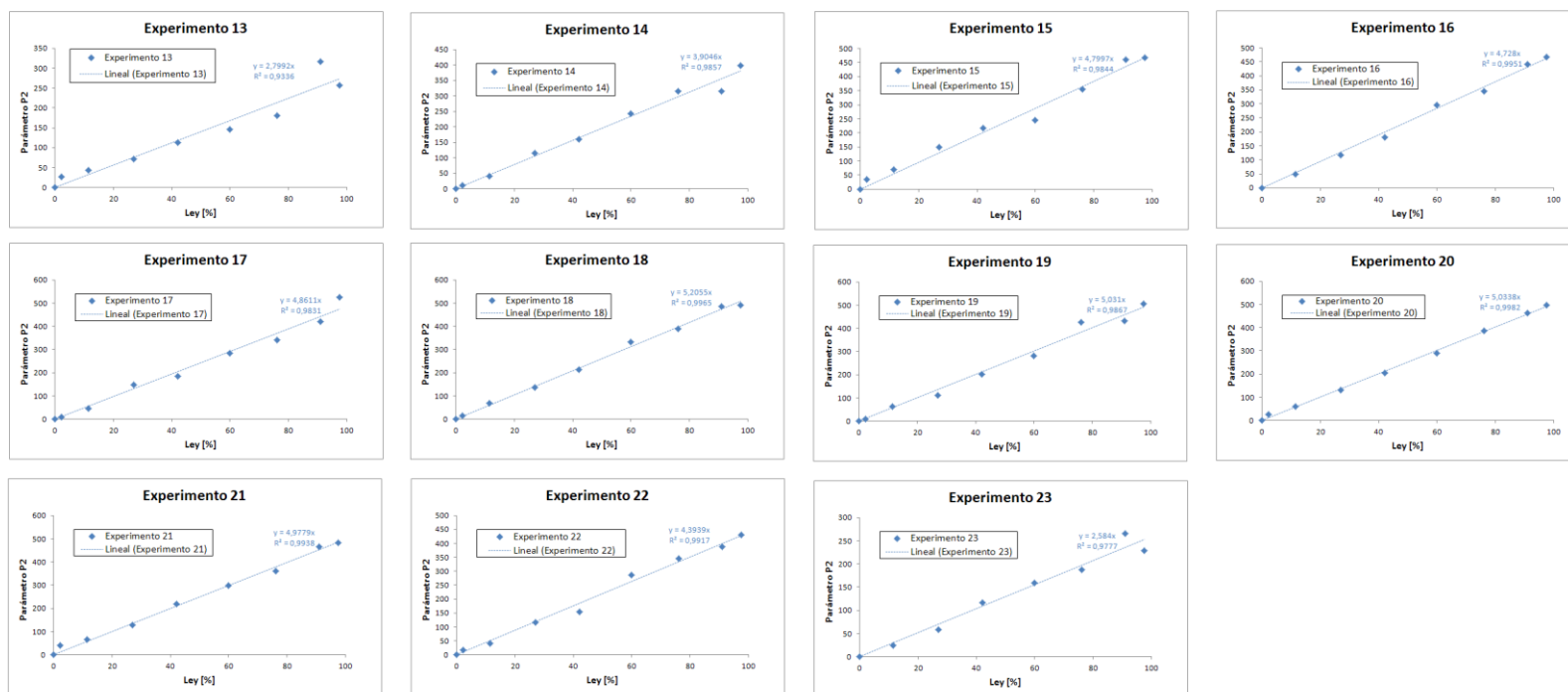
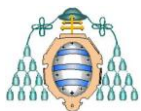


Figura 202. Representación gráfica de las coeficientes de correlación ley-Parámetro P2 para cada uno de los experimentos-2011 de la serie 100.





## SERIE 200

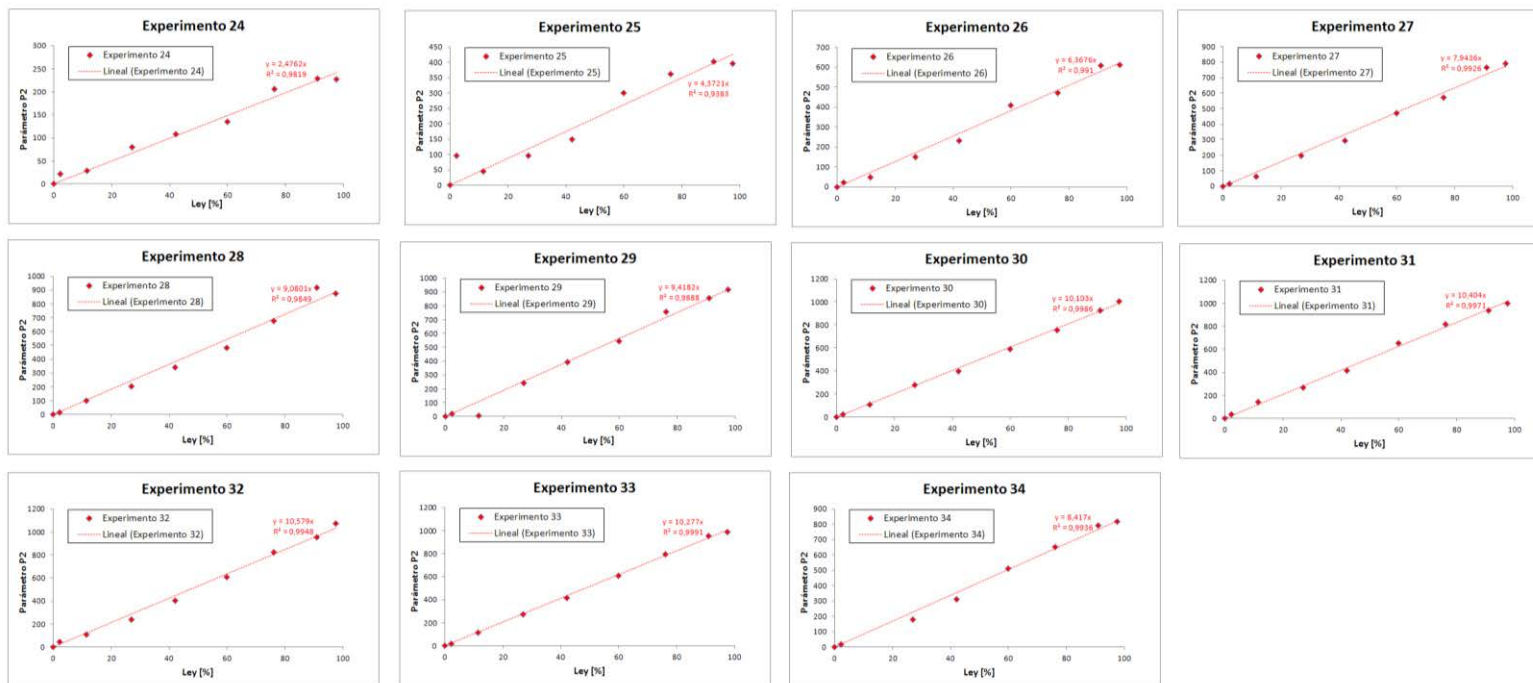
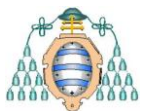


Figura 203. Representación gráfica de las coeficientes de correlación ley-Parámetro P2 para cada uno de los experimentos-2011 de la serie 200.



## SERIE 300

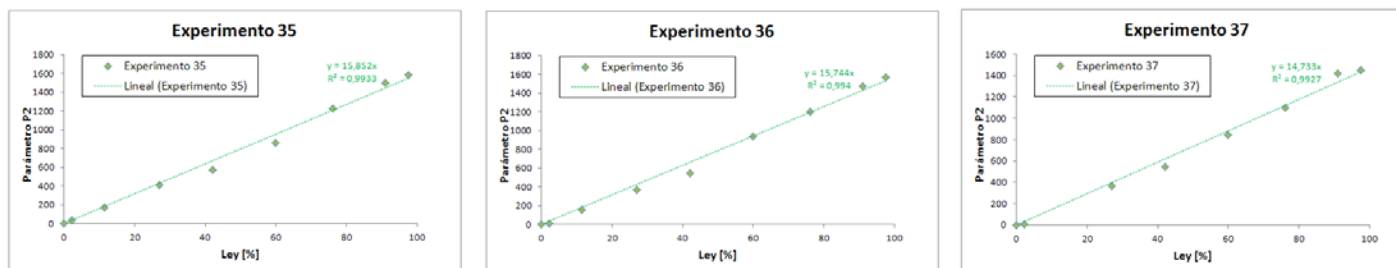


Figura 204. Representación gráfica de las coeficientes de correlación ley-Parámetro P2 para cada uno de los experimentos-2011 de la serie 300.



En la Tabla 45 se resumen las ecuaciones de las líneas de regresión y los coeficientes de correlación correspondientes, obtenidos en cada experimento según la serie.

Tabla 45. Resumen de los coeficientes de correlación según experimentos-2011 y series.

SERIE 100			SERIE 200			SERIE 300		
Nº experimento (2011)	Número de ciclos	Línea de regresión / Coeficiente de correlación (R <sup>2</sup> )	Nº experimento (2011)	Número de ciclos	Línea de regresión / Coeficiente de correlación (R <sup>2</sup> )	Nº experimento (2011)	Número de ciclos	Línea de regresión / Coeficiente de correlación (R <sup>2</sup> )
Experimento 13	1	y=2,7992·x 0,9336	Experimento 24	1	y=2,4762·x 0,9819	Experimento 35	13	y=15,852·x 0,9933
Experimento 14	2	y=3,9043·x 0,9857	Experimento 25	2	y=4,3721·x 0,9383	Experimento 36	20	y=15,744·x 0,994
Experimento 15	3	y=4,7997·x 0,9844	Experimento 26	3	y=6,3676·x 0,991	Experimento 37	50	y=14,733·x 0,9927
Experimento 16	4	y=4,7208·x 0,9951	Experimento 27	4	y=7,9436·x 0,9926			
Experimento 17	5	y=4,8607·x 0,9831	Experimento 28	5	y=9,0801·x 0,9849			
Experimento 18	6	y=5,2051·x 0,9965	Experimento 29	6	y=9,4182·x 0,9888			
Experimento 19	7	y=5,031·x 0,9868	Experimento 30	7	y=10,103·x 0,9986			
Experimento 20	8	y=5,0334·x 0,9982	Experimento 31	8	y=10,404·x 0,9971			
Experimento 21	13	y=4,9775·x 0,9937	Experimento 32	13	y=10,579·x 0,9948			
Experimento 22	20	y=4,3936·x 0,9917	Experimento 33	20	y=10,277·x 0,9991			
Experimento 23	50	y=2,5841·x 0,9782	Experimento 34	50	y=8,417·x 0,9936			

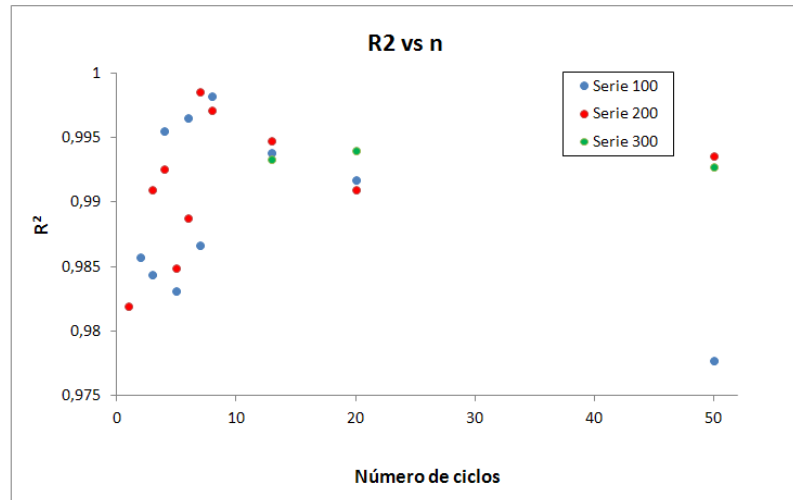


Figura 205. Representación gráfica del coeficiente de correlación versus número de ciclos.

Se observa que *para cada tiempo* de proceso hay una recta óptima que permite calibrar el análisis de manera que se determine la ley a partir de un parámetro P2 medido en la activación. Además, existe un número de ciclos que hacen máximo el coeficiente de correlación, y que esta situación coincide con una pendiente máxima de las líneas de regresión. Este número de ciclos es 8 para la serie 100 y de 7-8 para la serie 200. El coeficiente de correlación en todos estos casos es superior a 0,997.

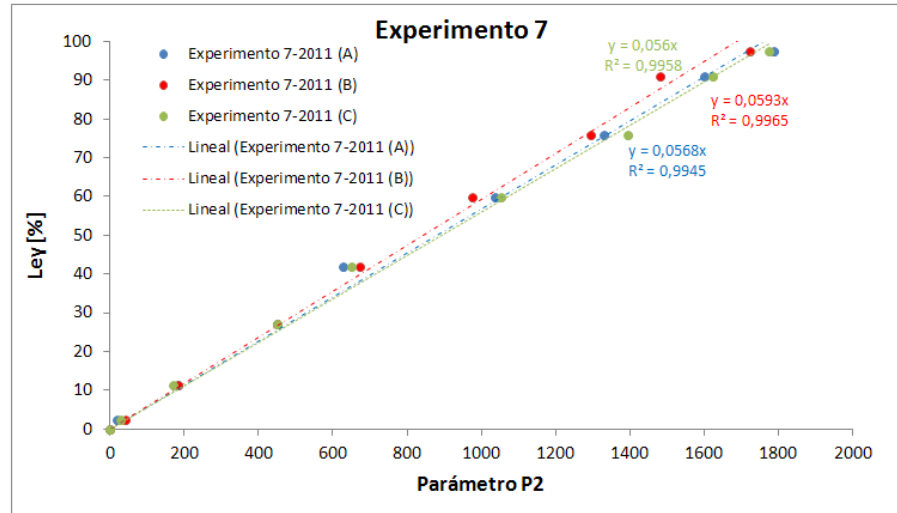
### 6.5.1 Determinación de la ley y estudio del error de la ley a partir de los resultados de activación neutrónica

Se estudia, a continuación el experimento 7-2011 que tiene un elevado tiempo de proceso (350s) y un número de ciclos, que, según el modelo teórico es adecuado para dicho tiempo de proceso. El experimento se ha repetido tres veces para determinar el error.

Se ha realizado la regresión entre el parámetro P2 y la ley. Como resultado de dicha regresión, se obtiene la siguiente gráfica, que es igual que las anteriores,



pero expresando en el eje de abscisas el parámetro P2 y en el eje de ordenadas la ley (en %).



**Figura 206.** Regresión entre el parámetro P2 y la ley (en %).

La ecuación de la regresión permite, para ensayos en la misma condición, determinar la ley de la muestra, una vez realizada su activación.

El estudio del error relativo según la ley ha quedado de manifiesto en la figura Figura 194 que refleja los datos de la Tabla 46.

**Tabla 46.** Estudio del error en leyes del experimento 7-2011.

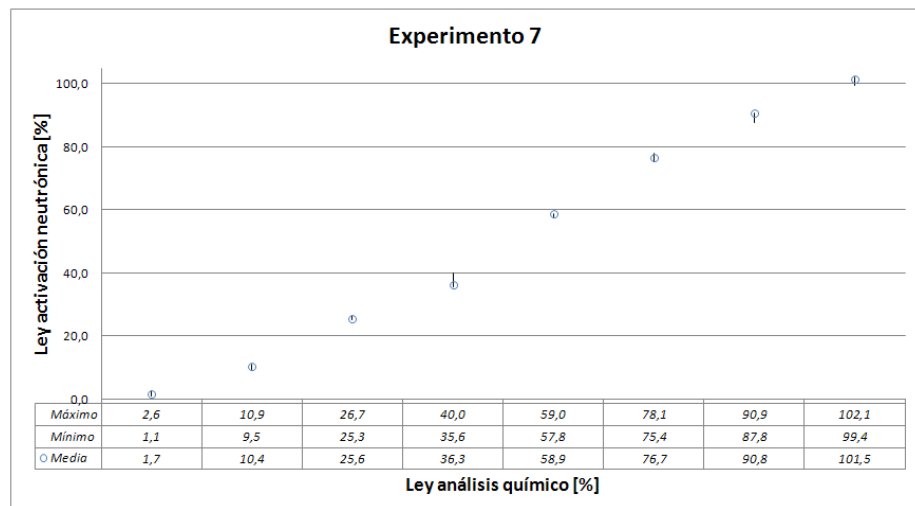
Ley [%]	Error relativo $\psi$ (%)
2,28	38,7
11,39	6,5
27,05	1,0
42,05	3,0
59,92	2,6
76,5	2,4
90,98	3,4
97,6	1,2



En la que se observa que, para casi todo el intervalo de leyes el error relativo es menor del 5%.

En este experimento la relación F/C es 10% según la Tabla 29, uno de los valores más bajos obtenidos, ya que es cíclico y el tiempo de activación en cada ciclo no es muy pequeño (13s aprox.)

En los siguientes gráficos se expresa, de dos maneras diferentes la comparación entre los resultados del análisis químico frente a los del análisis por activación neutrónica. En el primero, se muestra la dispersión de los resultados en un gráfico que permite apreciar a través de una línea vertical la dispersión entre los datos obtenidos para los diferentes ensayos. La longitud de esta línea está directamente relacionada con el error relativo.



**Figura 207. Dispersión del error de la ley mediante un análisis de activación neutrónica cíclica.**

En el segundo gráfico se muestran los resultados en un gráfico de dispersión en el que en el eje horizontal se muestra la ley en fluorita según el análisis químico y en ordenadas la ley en fluorita a partir de la calibración realizada. Como se observa, la recta de regresión tiene pendiente 1,001 y el coeficiente de correlación es de 0,9946

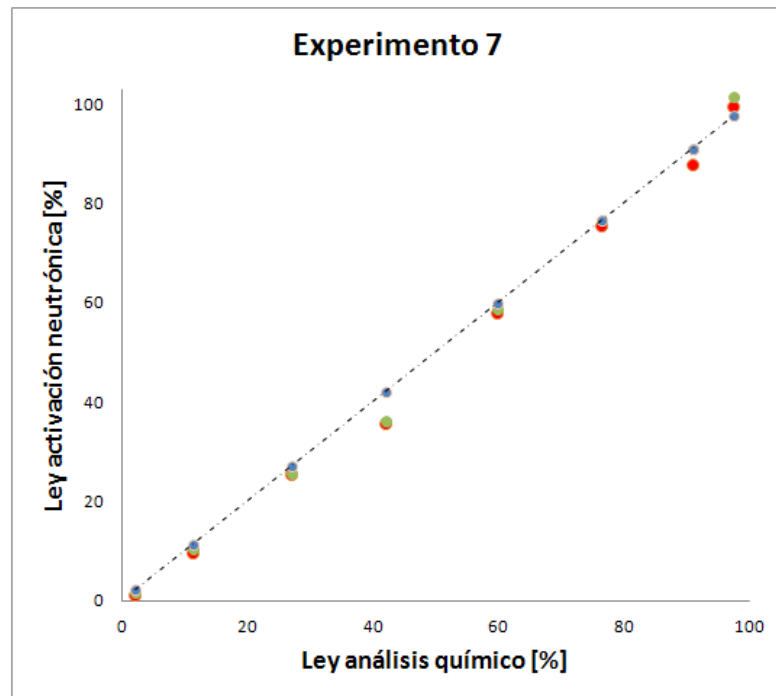


Figura 208. Determinación de la ley por análisis por activación neutrónica cíclica vs análisis químicos.

En conclusión, se ha encontrado una calibración óptima para cada tiempo de proceso en la que el coeficiente de correlación es máximo. A partir de las gráficas pueden observarse la dispersión de los resultados y el error en la medida.

## 6.6 Determinación de las condiciones óptimas del experimento para un ciclo simétrico

En conclusión, se puede determinar la ley en fluorita de la muestra a partir del método de activación cíclica. La mejor realización se hace a través de un proceso cíclico de activaciones y lecturas de la radiación gamma emitida por la muestra irradiada. Se parte de un tiempo de proceso determinado, y se determina el número de ciclos más adecuado a partir del modelo teórico ya que los resultados experimentales han validado el modelo. Se ejecuta el experimento y se determina la relación entre el parámetro P2 y la ley conocida de una serie de muestras de



calibración. A partir de este punto, se pueden analizar muestras de leyes desconocidas, sabiendo que, en estas condiciones óptimas de experimentación los errores pueden ser menores del 3% si el tiempo de proceso es mayor de 350s.

En estas circunstancias, la relación F/C es mínima.

## **6.7 Estudio comparativo entre los resultados de los experimentos del 2007 y del 2011**

En este capítulo se discuten las ventajas y desventajas que supone el procedimiento de activación neutrónica que se ha desarrollado en esta tesis, respecto al procedimiento seguido en la tesis anterior.

Recordemos brevemente qué ha supuesto, desde un punto de vista de la geometría y naturaleza de los materiales que atraviesa tanto el flujo de neutrones como el de rayos gamma, la adaptación del antiguo prototipo 2007 manual al nuevo sistema automático 2011 con motor lineal para el desplazamiento de las muestras:

- a. Respecto al contenedor de la muestra.
  - [1] Variación en su naturaleza. Con el prototipo manual el material de los recipientes ensayados eran de PP, mientras que con el prototipo automático el material es PVC.
  - [2] Incremento del espesor de las paredes. Los espesores de los recipientes de PP empleados con el prototipo manual eran siempre inferiores a 2mm, mientras que con el prototipo automático son de ~3mm.
- b. Respecto al portamuestras. En este nuevo prototipo el contenedor de la muestra tiene la doble función de cobijar la muestra y ser el medio de desplazamiento por el interior del tubo guía del portamuestras.
- c. Respecto a la guía del portamuestras. Además de la guía del portamuestras de acero del anterior equipo se ha introducido un nuevo tubo guía del





portamuestras en su interior adaptado al nuevo contenedor de la muestra. Entre ambos se ha rellenado de parafina borada, por lo que, a efectos prácticos, el conjunto funciona como un nuevo guía de portamuestras que se diferencia del anterior en:

[1] la geometría. La sección de la guía ha pasado de ser cuadrada a ser circular. El espesor de la guía se ha incrementado desde 3 mm hasta 5 mm de espesor.

[2] la naturaleza. El material de la guía anterior era chapa de acero mientras que la actual es PE.

d. Respecto al proceso de irradiación.

[1] Modificación del material entre la fuente y la muestra. En el caso del prototipo manual los neutrones eran atenuados por los recipientes contenedores, de PP que contenían la muestra. En el prototipo automático los neutrones pueden verse atenuados por la tubería guía del portamuestras que es de PE y además por el propio portamuestras de PVC.

[2] Incremento de la distancia entre la fuente y la muestra. La distancia que separa ambos elementos es de 7 mm en el caso actual. Anteriormente, esta distancia era de 2 mm.

[3] Disminución del ángulo sólido formado entre la fuente y la muestra al ser mayor la distancia entre ambos. En consecuencia la cantidad de neutrones que recibe la muestra es menor.

e. Respecto al proceso de lectura de rayos gamma.

[1] Distinta materia entre el detector y la muestra. Con el prototipo manual la radiación gamma en su viaje desde la muestra hasta el detector no encontraba más barrera que la del propio recipiente contenedor de la muestra, mientras que en el nuevo diseño, no solo se encuentra con esta barrera sino que además los rayos gamma deben atravesar la



tubería guía del portamuestras y la chapa de acero del antiguo prototipo.

[2] Aumento de la distancia entre el detector y la muestra. Con el equipo manual la distancia entre estos elementos era inferior a 2 mm, mientras que en el prototipo automático esta distancia es de 11mm.

f. Respecto al desplazamiento de la muestra.

[1] Incremento de la distancia entre el detector y la fuente de neutrones. La distancia existente entre el detector y la fuente de neutrones con el prototipo manual era de 350mm, mientras que con el nuevo prototipo es de 450mm.

[2] Incremento del espesor de la pantalla de plomo entre el detector y la fuente de neutrones. El incremento en la distancia entre la fuente y el detector con el nuevo diseño del prototipo automático permite la colocación de una barrera de plomo de mayor espesor 208mm, frente a los 156mm con el antiguo prototipo.

Para estudiar la influencia del cambio de geometría se comparan los parámetros P obtenidos en los experimentos con los prototipos manual 2007 y automático 2011 para:

- muestras de espato flúor con distinta ley
- en distinto tipo de recipiente contenedor de la muestra,
- con el mismo tipo de detector,
- bajo las mismas circunstancias de tiempo de proceso, tiempo de lectura y número de ciclos.

En la Tabla 47 se muestran los experimentos que han servido para realizar esta comparación, así como los parámetros de comparación, que al ser un detector de NaI, se trata del parámetro P1-2007.



Tabla 47. Resumen de los resultados obtenidos en los Experimento 1-2007 y 1-2011.

n=1, detector de NaI 2 minutos de activación 25s de lectura							
Experimento 1-2007				Serie 1 Experimento 1-2011			
Denominación de la muestra	Masa (g)	Ley CaF <sub>2</sub> (%)	P1-2007	Denominación de la muestra	Masa (g)	Ley CaF <sub>2</sub> (%)	P1-2007
Muestra 0	0	0	12	Muestra 0	0	0	36
Muestra 1	350	4,2	24	Muestra 1	350	2,28	24
Muestra 2	350	27,85	56	Muestra 2	350	11,39	64
Muestra 3	350	36,75	85	Muestra 3	350	27,05	58
Muestra 4	350	74,33	158	Muestra 4	350	42,05	87
Muestra 5	350	97,2	192	Muestra 5	350	59,92	91
				Muestra 6	350	76,50	114
				Muestra 7	350	90,98	152
				Muestra 8	350	97,60	145

Se observa que en ambos experimentos la masa de muestra es la misma. Llevando los datos ley - cuentas a una gráfica, se obtiene la Figura 209.

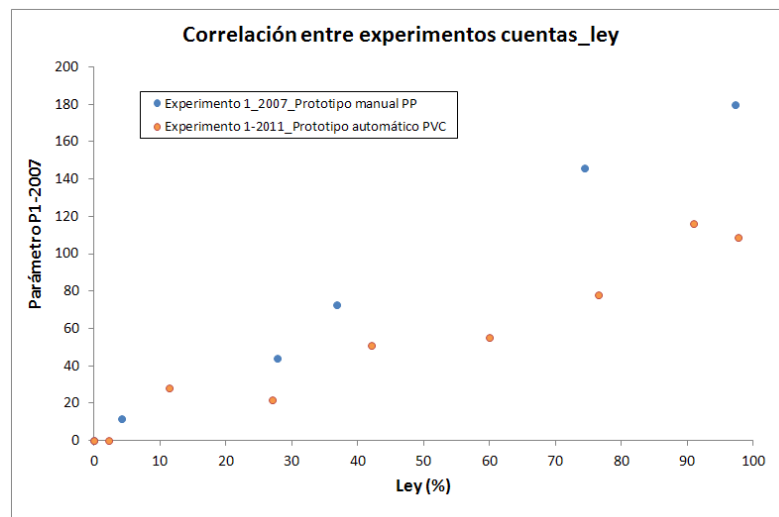


Figura 209. Correlación ley vs cuentas para 2min de activación y 25s de lectura (detector NaI) con el prototipo manual y el automático.



En la siguiente figura se aíslan los datos de cada experimento y se muestra la línea de regresión y el coeficiente de correlación de cada experimento.

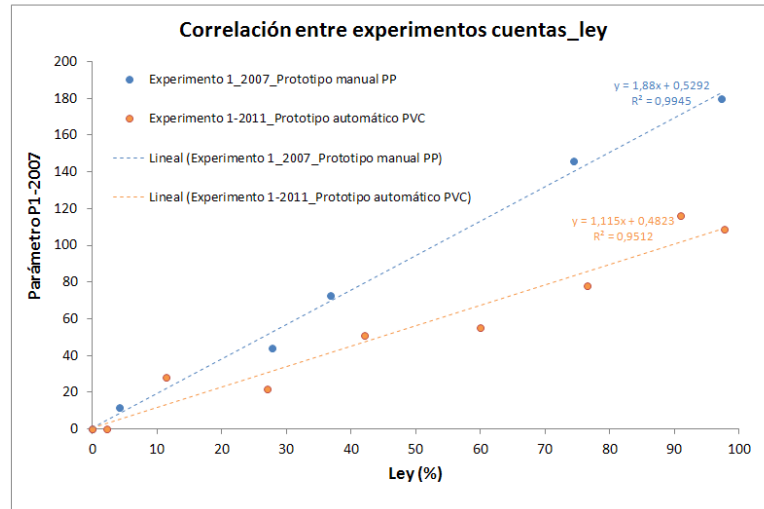


Figura 210. Coeficientes de correlación para los diferentes botes empleados en los ensayos.

En la Tabla 48 se resumen estos resultados:

Tabla 48. Coeficientes de correlación para cada experimento.

Detector de NaI N=1 2m de activación 25s de lectura		
Experimento 1-2007		Serie 1 Experimento 1-2011
Tipo de portamuestras	PP	PVC
Ecuación de regresión	$y = 1,88 \cdot x + 12,529$	$y = 1,115 \cdot X + 0,4823$
Coeficiente de correlación	0,9945	0,9512

A la vista de los resultados, se observan dos principales diferencias entre los experimentos:

1. Respecto a la variación del coeficiente de correlación. El mayor coeficiente de correlación se obtiene con el portamuestras de polipropileno



y prototipo manual.

2. Respecto al parámetro P1-2007, observando la Figura 209 se detecta que prácticamente para todas las muestras, P1-2007 es mayor en los experimentos con el prototipo manual y con el contenedor de PP.

En conclusión, el cambio en el diseño ha supuesto un empeoramiento respecto al diseño anterior, puesto que se ha reducido el parámetro P1-2007. Las causas de esta reducción pueden ser múltiples como se aprecia en la Figura 211.

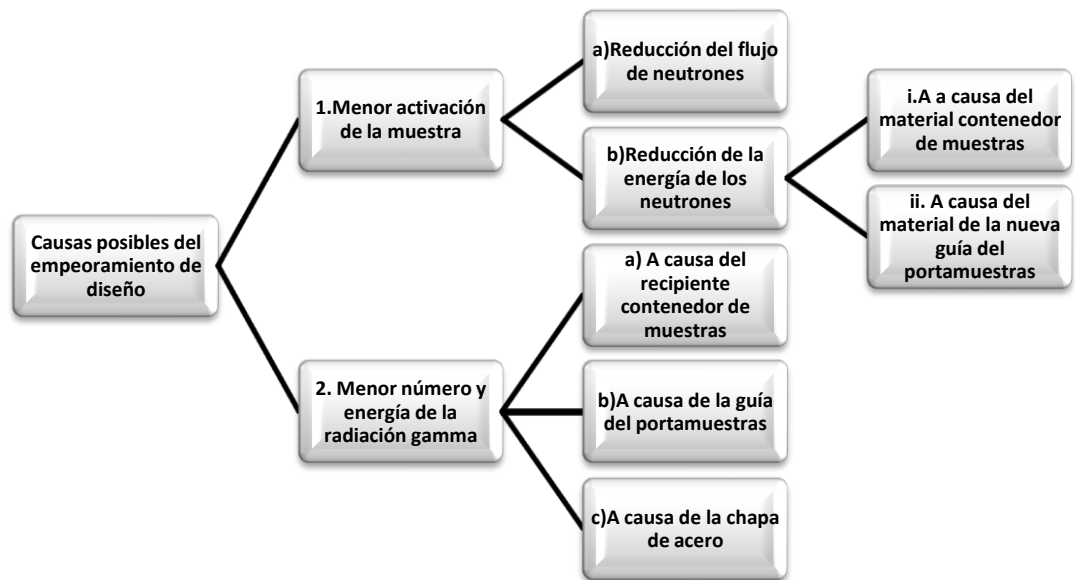


Figura 211. Esquema de los elementos que influyen en el empeoramiento del diseño.

Los distintos aspectos que intervienen en la reducción del parámetro P1-2005 son:

1. Menor activación de la muestra.
  - a) Debido a la reducción del flujo de neutrones que inciden en la muestra.

El flujo de la fuente de neutrones de Americio Berilio de 1 Ci es de  $3,7 \cdot 10^{10}$  n/s que se extiende sobre un ángulo sólido de  $2 \cdot \pi$  radianes. En el nuevo prototipo la muestra se ha colocado a una distancia mayor



de la fuente que en el caso anterior. Esto reduce el ángulo sólido del flujo de neutrones que llegan a la muestra ([Rey-RoncoM.A., 2007](#)).

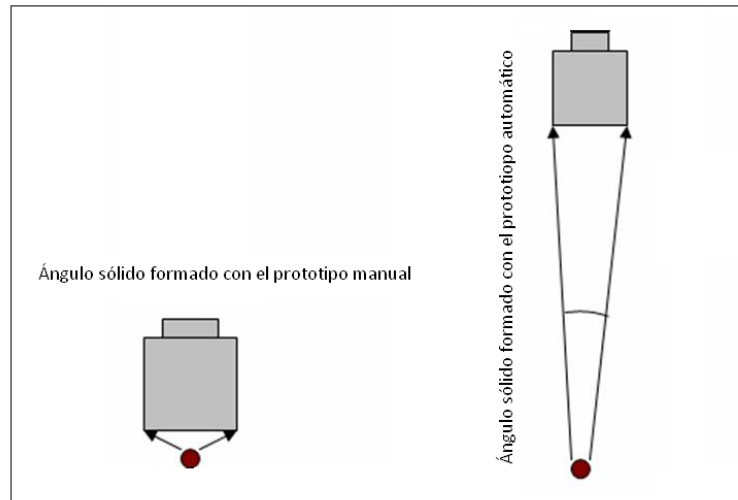


Figura 212. Influencia del ángulo sólido.

Al reducir el ángulo sólido se reduce proporcionalmente el flujo de neutrones que incide sobre la muestra.

- b) Debido a la reducción de la energía de los neutrones (moderación de los neutrones) que inciden en la muestra.
  - i. A causa del material del contenedor de muestras.

La energía de los neutrones que llegan a la muestra puede ser menor que en el experimento anterior, como consecuencia de la naturaleza del material del portamuestras. A menor energía, la sección eficaz de la reacción  $^{19}\text{F}(n,\alpha)^{16}\text{N}$  se reduce, la concentración de  $^{16}\text{N}$  es menor y por lo tanto la producción de rayos gamma es menor. Esto se expresa también diciendo que la activación de la muestra es menor.

La moderación se produce a causa de la interacción de los neutrones con el hidrógeno. Entonces, la atenuación será mayor cuanto mayor sea la proporción de hidrógeno en el material que



atraviesa el flujo de neutrones.

Se ha calculado la cantidad de hidrógeno presente en los materiales empleados en cada uno de los portamuestras usados y sus resultados se muestran en la Tabla 49.

**Tabla 49. Cantidad de H contenido en el material de los portamuestras.**

Material	Fórmula	Peso molecular	%H
PVC	$(C_2H_2Cl)_n$	61,45	3,254
PP	$(C_3H_6)_n$	42	14,285

Se observa que el PVC es el que produce una menor atenuación de la energía de los neutrones puesto que contiene menos proporción de hidrógeno. El material de PP modera más a los neutrones y por tanto reducen la sección eficaz de la reacción del flúor.

ii. A causa del material de la nueva tubería guía del portamuestras.

En el diseño del nuevo prototipo, no solo se debe considerar el material del contenedor de las muestras, sino también el de la nueva tubería guía del portamuestras de PE y 5 mm de espesor, ya que actúa como barrera al paso de los neutrones. Si se estudia este hecho, se observa que la moderación de los neutrones con el nuevo prototipo, es decir, PVC+PE, es significativamente superior (17,539%H) al diseño del antiguo prototipo (14,285%H).

2. Menor número y energía de la radiación gamma (atenuación de los rayos gamma) que llega al detector.

Una vez que se produce la activación del flúor se genera una radiación gamma que debe llegar al detector (ver apartado 2.1.1). La energía y el número de los rayos gamma que llegan al detector, depende de la densidad y del espesor de los materiales existentes entre el punto donde se produce la radiación y el detector, y que son:



- a) Recipiente contenedor de las muestras o portamuestras, cuyos materiales y espesores se especifican en la Tabla 50.

**Tabla 50. Influencia de la densidad y del espesor del portamuestras.**

	Material	Densidad $\rho(\text{g/cm}^3)$	Espesor (mm)
Portamuestras	PP	0,9-0,91	1,1
	PVC	1,4	3,3

- b) Guía del portamuestras, que es de polietileno de 5mm de espesor.
- c) Chapa de acero del antiguo prototipo de 4,5 mm de espesor.

Se observa que:

- la mayor densidad corresponde al PVC,
- el menor espesor es el del contenedor de PP.

El efecto combinado sobre la atenuación de la radiación gamma, se puede controlar a través del producto de la densidad y el espesor  $\rho \cdot e$ , tal y como se refleja en la Tabla 51.

**Tabla 51. Influencia de la moderación de neutrones y atenuación de la radiación gamma en el portamuestras.**

Material	$\rho \cdot e$
PP	0,99
PVC	4,62

En lo que se refiere al tipo de portamuestras empleado se deduce que el portamuestras que supone mayor atenuación de los rayos gamma es el PVC por ser este el de mayor densidad y espesor y esto sin tener en cuenta





la presencia de la chapa de acero y del tubo guía del portamuestras entre la muestra y el detector.

En conclusión, se observa que, por un lado el usar un contenedor de PP implica una mayor reducción de la activación de la muestra, y por otra parte, el contenedor de PVC supone una mayor reducción en la radiación gamma que llega al detector. El efecto combinado de ambos fenómenos se puede comprobar a comparar el producto de  $[\rho \cdot e] \cdot [\%H]$ .

**Tabla 52. Influencia combinada de la moderación de neutrones y atenuación de la radiación gamma debido al portamuestras.**

Material	$\rho \cdot e \cdot (\%H)$
PP	1,41-1,43
PVC	1,503

Según esta tabla, este producto es similar en los dos casos, luego, en conclusión, el distinto material utilizado en el contenedor de la muestra no justifica una diferencia de valores del parámetro P1-2007 entre los experimentos según el prototipo manual 2007 y el automático 2011, observada en la experimentación y puesta en evidencia en la Figura 209.

En consecuencia, esta reducción del parámetro P1-2007 en los experimentos con el prototipo automático se debe a la introducción del nuevo tubo guía del portamuestras, y a la reducción del ángulo.

## **6.8 Diseño teórico de una activación cíclica asimétrica**

Se pretende ahora evaluar otro tipo de proceso, que se ha denominado cíclico asimétrico, y analizar la mejoría del parámetro P respecto al proceso cíclico simétrico en la detección de fluorita. Este proceso, representado en la Figura 213



está caracterizado por un primer ciclo de activación hasta llegar a una concentración de  $^{16}\text{N}$  ( $B_1$ ), seguido de un ciclo de decaimiento hasta llegar a una concentración de  $^{16}\text{N}$  ( $B_2$ ) con un valor significativamente alto en relación con  $B_1$  y la repetición de la activación y decaimiento limitados por las concentraciones  $B_1$  y  $B_2$ .

Se intenta de esta manera ejecutar un mayor número de ciclos y aumentar el área de la curva de decaimiento registrada (parámetro P), despreciando la cola de esta curva. Se deben optimizar los valores de número de ciclos, tiempo de activación y tiempo de lectura, para llegar a obtener un área máxima teórica  $A_{opt}^{nciclos}(a)$  para el tiempo de proceso T, y comprobar la situación de mejoría respecto a la activación cíclica simétrica teórica  $A_{opt}^{nciclos}(s)$  (apartado 3.5.4) para el mismo tiempo de proceso.

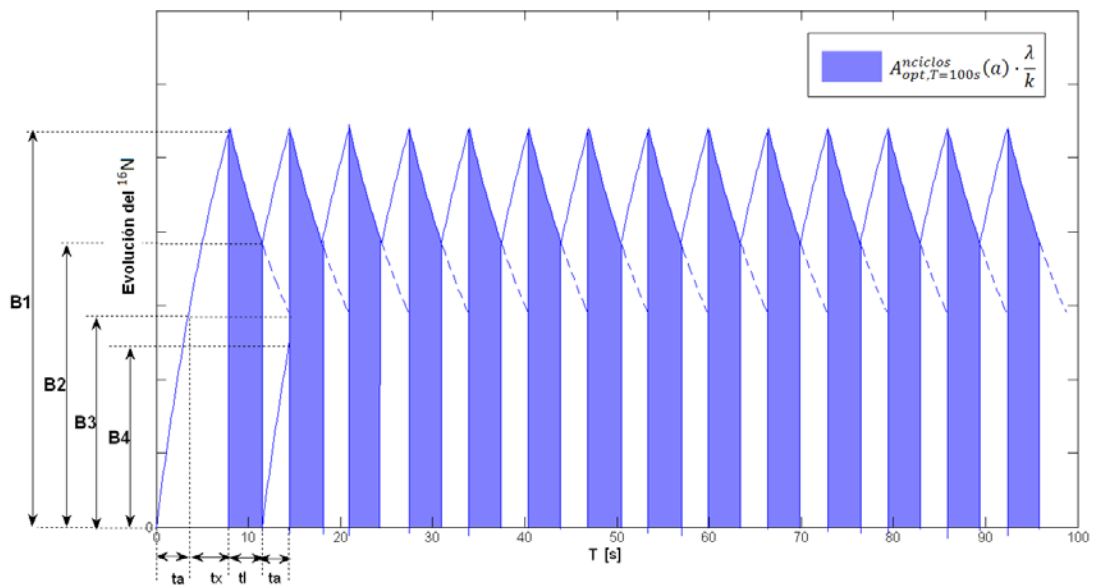


Figura 213. Activación neutrónica cíclica asimétrica sin desplazamiento para T=100s.

La Figura 213 representa la variación de la concentración de un elemento radiactivo en el tiempo, durante un proceso de activación cíclica sin desplazamiento, para el proceso asimétrico, tal como se ha definido anteriormente.



Según las hipótesis de partida y según las ecuaciones generales de producción y decaimiento en la concentración de  $^{16}\text{N}$ , se cumple que:

$$B_1 = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (ta+tx)}) \quad [4]$$

$$B_2 = B_1 \cdot e^{-\lambda \cdot tl} \quad [5]$$

$$B_3 = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot ta}) \quad [6]$$

$$B_4 = B_1 \cdot e^{-\lambda \cdot (tl+ta)} \quad [7]$$

Donde  $B_1$  es el valor máximo de la concentración de  $^{16}\text{N}$  en cualquier ciclo,  $B_2$  es la concentración de  $^{16}\text{N}$  en el instante en que se comienza a irradiar de nuevo la muestra,  $B_3$  la concentración teórica a la que llegaría la muestra en un tiempo  $t=tl+ta$  después de la irradiación.  $B_4$  la concentración teórica en  $^{16}\text{N}$  de la muestra tras una irradiación real durante un tiempo  $ta$ .

Se ha llamado  $ta$  al tiempo de activación en cada ciclo,  $tl$  el tiempo de lectura en cada ciclo y  $tx$  el exceso de tiempo de activación del primer ciclo. No se considera tiempo de desplazamiento de la muestra. En esta figura el parámetro  $B_1$  representa la máxima concentración del  $^{16}\text{N}$  y el área marcada en azul  $A_T^{nciclos}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  representa la medida o lectura de la radiación gamma para un tiempo total de proceso  $T$  y  $n$  ciclos. Observando la figura, se comprueba que se verifica la siguiente igualdad:

$$B_1 = B_3 + B_4 \quad [8]$$

El área para cada ciclo de activación y lectura viene caracterizada por la expresión:

$$A_T^{nciclos}(a) = n \cdot \int_0^{tl} k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (ta+tx)}) \cdot e^{-\lambda \cdot t} dt \quad [9]$$



Integrando se llega a:

$$A_T^{nciclos}(a) = n \cdot \frac{k}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_x)}) \cdot [1 - e^{-\lambda \cdot t_l}] \quad [10]$$

Por lo que el área viene dada por la expresión:

$$A_T^{nciclos}(a) \cdot \frac{\lambda}{k} = n \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_x)}) \cdot [1 - e^{-\lambda \cdot t_l}] \quad [11]$$

Optimizar el proceso de activación cíclica asimétrica implica determinar el número de ciclos  $n$  y los tiempos  $t_a$ ,  $t_x$ ,  $t_l$  para un tiempo de proceso  $T$  determinado, que hacen máxima la función  $A_T^{nciclos}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$ . A continuación se procede a buscar los parámetros que optimizan el proceso.

Sustituyendo en la ecuación [ 8 ] los términos por las expresiones [ 4 ], [ 6 ] y [ 7 ] resulta:

$$k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_x)}) = k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_a}) + k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_x)}) \cdot e^{-\lambda \cdot (t_l + t_a)} \quad [12]$$

De esta expresión se deduce,

$$e^{-\lambda \cdot (t_a + t_x)} = \frac{k \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_a}) - k + k \cdot e^{-\lambda \cdot (t_l + t_a)}}{-k + k \cdot e^{-\lambda \cdot (t_l + t_a)}} \quad [13]$$

Y,

$$t_x = \frac{\lambda \cdot t_a + \ln\left(\frac{e^{-\lambda \cdot t_a} - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_l)}}{1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_l)}}\right)}{\lambda} \quad [14]$$

Sustituyendo los valores de la ecuación [ 13 ] en la expresión [ 11 ] y simplificando, resulta la siguiente expresión:



$$A_T^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k} = n \cdot \frac{(1 - e^{-\lambda \cdot t_a}) \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_l})}{(1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_l)})} \quad [15]$$

Por otra parte, se cumple:

$$T = n \cdot (t_l + t_a) + t_x \quad [16]$$

En la que si sustituimos [ 14 ] en [ 15 ] queda:

$$T = n \cdot (t_l + t_a) + \frac{\lambda \cdot t_a + \ln\left(\frac{e^{-\lambda \cdot t_a} - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_l)}}{1 - e^{-\lambda \cdot (t_a + t_l)}}\right)}{\lambda} \quad [17]$$

Finalmente, se ha utilizado un algoritmo elaborado en Matlab para determinar, para un tiempo de proceso determinado T, y un número de ciclos n, cual es el valor de  $A_{opt}^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  y los parámetros  $t_a$ ,  $t_l$ ,  $t_x$  que corresponden a ese número de ciclos que llevan a maximizar  $A_T^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$ . Este algoritmo se puede ver en los anexos (apartado I.3).

Se muestra a continuación un ejemplo del resultado de la ejecución del algoritmo para el tiempo total de proceso T=200 s y n=7 (Tabla 53).

**Tabla 53. Ejemplo del resultado de la ejecución del algoritmo.**

T [s]	n	$A_{opt}^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$
200	7	4,159974

Se ha comprobado que para valores de n más pequeños,  $A_{opt}^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  es menor. Este efecto se observa en todos los tiempos de proceso. Al incrementar n,  $A_{opt}^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  aumenta hasta llegar a una asíntota para  $n = \infty$ .

Posteriormente, una vez obtenidos los resultados de  $A_T^{n \text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k} - n$  para el tiempo T=200, se han ajustado los valores obtenidos a una curva del tipo:



$$y = k1 \cdot (1 - e^{-k2 \cdot n}) \quad [ 18 ]$$

donde k1 y k2 son los coeficientes de ajuste. k1 es el valor de la asíntota, y representa el máximo valor que se podría alcanzar en un método de activación cíclica asimétrica.

Para el ejemplo anterior se tienen los siguientes resultados (con un nivel de confianza del 95%):

$$k1 = 4,646 (4,623; 4,669)$$

$$k2 = 0,3225 (0,3152; 0,3298)$$

Goodness of fit:

SSE: 0,01992

R\_square: 0,999

Adjusted R-square: 0,9989

RMSE: 0,03326

Esta curva está reflejada en la Figura 214 junto con las curvas correspondientes a los tiempos de proceso desde 50 hasta 600 s.

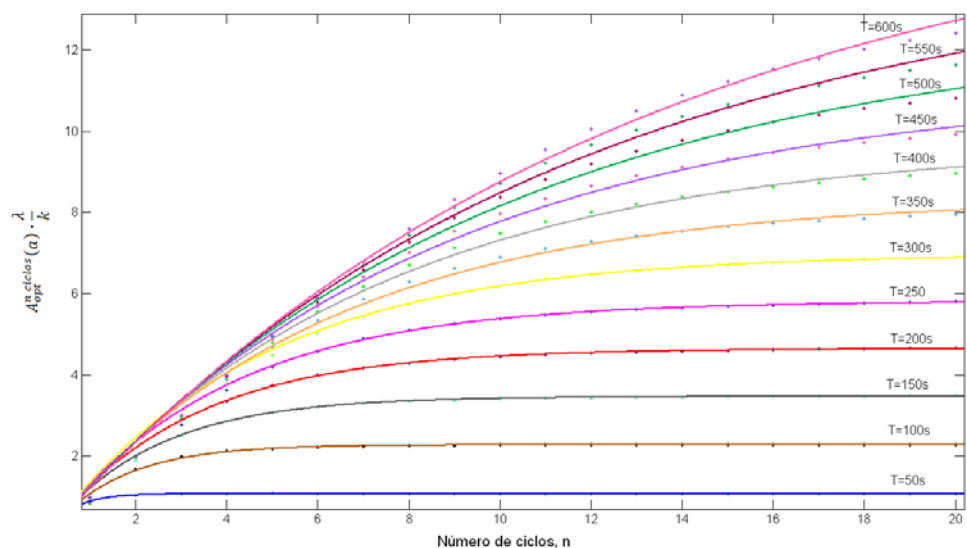


Figura 214. Curvas correspondientes a los tiempos de procesos desde 50 hasta 600s para un proceso de activación cíclica asimétrica.



### 6.8.1 Estudio teórico de la mejora entre la activación cíclica simétrica y asimétrica

En este apartado se comparan entre sí las áreas de decaimiento máximas del proceso de activación cíclico simétrico  $A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(s) \cdot \frac{\lambda}{k}$  y del método asimétrico  $A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  así como los parámetros de la activación en cada caso. A partir de la Figura 214, se ha localizado el número de ciclos a partir del cual el ciclo asimétrico supera al ciclo simétrico, que se ha llamado  $n_{lim}$ . Este valor se ha calculado a través de la expresión:

$$n_{lim} = \frac{1}{k_2} \cdot \ln \left( 1 - \frac{0.0199 \cdot T - 0.0221}{k_1} \right) \quad [19]$$

Estos valores se representan en la Tabla 54. Esto significa, que, por ejemplo, para un tiempo de proceso de  $T=300$ , el área máxima alcanzable en el proceso asimétrico es de 6,98 respecto a 5,9479 del método cíclico simétrico, lo que supone una mejoría máxima de 17,4%. El número de ciclos a partir del cual el método asimétrico supera al simétrico es de 9 ciclos con  $t_l=16,71$ ,  $t_a=16,43$  y  $t_x=1$ .



**Tabla 54. Comparación de resultados entre el área máxima detectada en un método cíclico simétrico y otro asimétrico con iguales tiempos de proceso (no se ha considerado tiempo para los desplazamientos de la muestra).**

T [s]	Ciclo simétrico			Ciclo asimétrico					Mejora %
	$A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(s) \cdot \frac{\lambda}{k}$	$\tau$	n	$A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$	$t_l$	$t_a$	$t_x$	$n_{lim}$	
50	0,9729	12,5	2	1,075	12,47	11,3	2,558	2	10,5
100	1,9679	12,5	4	2,28	16,72	16,04	1,82	3	15,9
150	2,9629	12,5	6	3,468	14,93	14,66	2,149	5	17,0
200	3,9579	12,5	8	4,646	16,61	16,43	1,859	6	17,4
250	4,9529	12,5	10	5,816	15,65	15,36	2,017	8	17,4
300	5,9479	12,5	12	6,98	16,71	16,43	1,838	9	17,4
350	6,9429	12,5	14	8,353	16,02	15,63	1,948	11	20,3
400	7,9379	13,33	15	9,69	15,5	15,12	2,039	13	22,1
450	8,9329	13,24	17	11,1	16,04	15,97	1,96	14	24,3
500	9,9279	13,16	19	12,61	16,61	16,6	1,866	15	27,0
550	10,9229	13,1	21	14,24	16,12	16,12	1,949	17	30,4
600	11,9179	13,04	23	16,01	15,16	14,74	2,098	20	34,3

En la Figura 215 se han representado  $A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(a) \cdot \frac{\lambda}{k}$  y  $A_{opt}^{n\text{ ciclos}}(s) \cdot \frac{\lambda}{k}$  frente al tiempo de proceso. Se observa como la mejora es mayor cuanto mayor sea el tiempo de proceso.



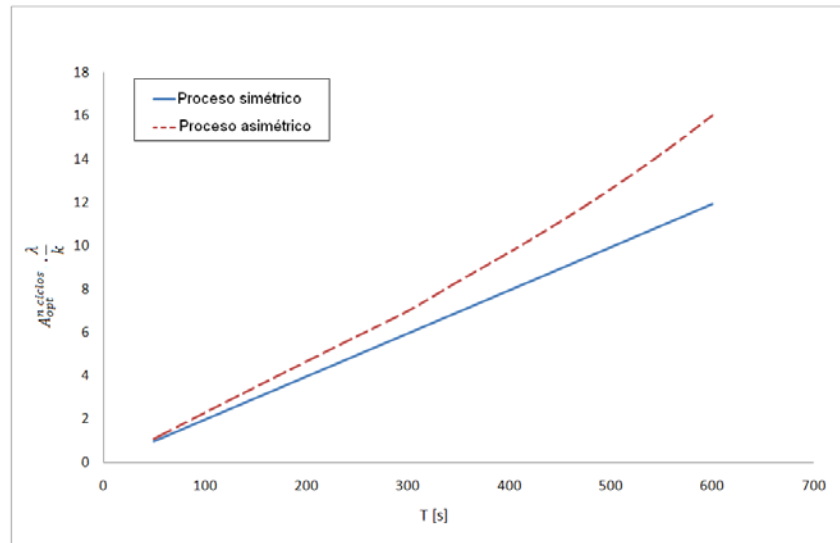
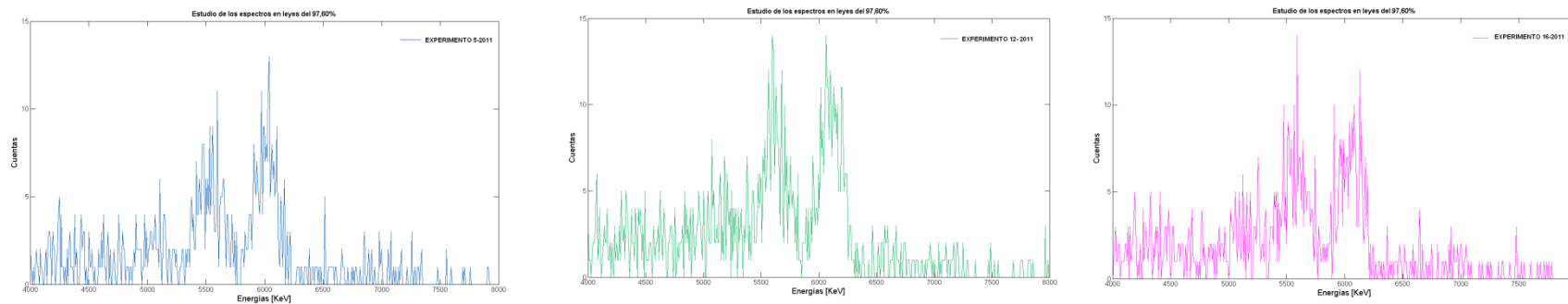


Figura 215. Representación de la evolución del área óptima para los procesos simétricos y asimétricos con distintos tiempos de proceso.

## 6.9 Estudio experimental de la mejora entre la activación cíclica simétrica y asimétrica

Se pretende evaluar experimentalmente el proceso cíclico asimétrico, y analizar la mejoría del parámetro P respecto al proceso simétrico en la detección de fluorita. Para ello, se comparan a igual tiempo de proceso ( $T=100s$ ) y tipo de detector (BGO), los espectros de los experimentos simétricos 5-2011 y 16-2011 con el experimento asimétrico 12-2011.

La Figura 216 ilustra los espectros para una ley del 97,6% de los experimentos 5-2011, 12-2011 y 16-2011, respectivamente. En el eje de abscisas se representa la energía desde 4000 a 8000keV, y en el eje de ordenadas el número de cuentas leídas.



**Figura 216.** Representación gráfica de los espectros para una ley del 97,6% de los experimentos 5-2011, 12-2011 y 16-2011, respectivamente.



Tabla 55. Parámetro P2 de los experimentos 5-2011, 12-2011 y 16-2011 según la ley de la muestra.

Ley [%]	P2		
	T=100s; n=4; BGO ta=12,175s tl=12,175s	T=100s; n=4; BGO ta=12,175s tl=12,175s	T=100s; n=4; BGO ta+tx=17,860s Tre=16,04s tl=16,720s
	Experimento 5-2011 [Simétrico]	Experimento 16-2011 [Simétrico]	Experimento 12-2011 [Asimétrico]
2,28	11	69	8
11,39	62	104	60
27,05	233	182	59
42,05	185	250	223
59,92	272	278	328
76,5	370	390	453
90,98	435	494	552
97,6	430	501	565

La Tabla 55 recoge los valores del parámetro P2 según la ley de las muestras, para los experimentos simétricos y asimétricos.

Para analizar la mejoría del parámetro P, se ha representado en la Figura 217 las líneas de regresión y los coeficientes de correlación correspondientes a los experimentos 5-2011, 12-2011 y 16-2011.

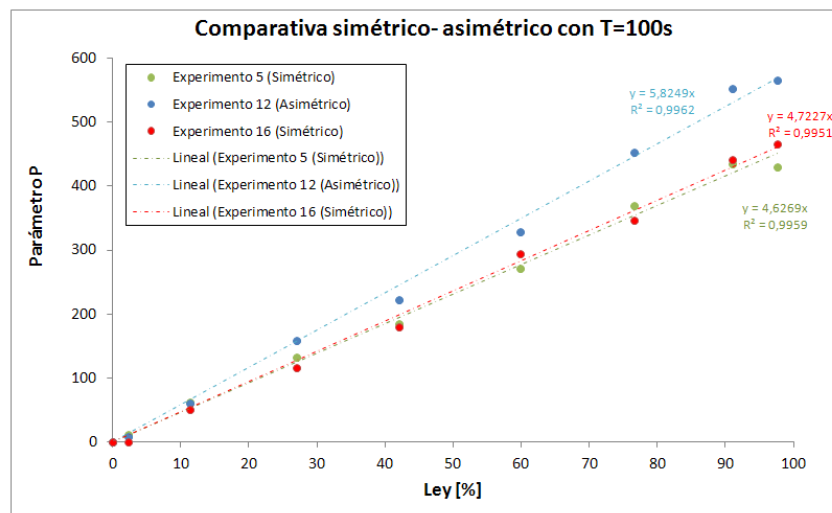


Figura 217. Comparación para un tiempo de proceso T=100s de los procesos simétricos y asimétricos.



En la Tabla 56 se resumen los coeficientes de correlación así como las líneas de regresión de cada uno de los experimentos mencionados, y se ha marcado en azul el coeficiente más alto conseguido.

**Tabla 56. Coeficientes de correlación entre la ley de las muestras y el parámetro P2.**

<b>Proceso cíclico</b>	<b>N° de experimento</b>	<b>Línea de regresión/Coeficiente de correlación</b>
<b>Simétrico</b>	<b>Experimento 5-2011</b>	$y=4,6269 \cdot x$ 0,9951
	<b>Experimento 16-2011</b>	$y=4,7227 \cdot x$ 0,9951
<b>Asimétrico</b>	<b>Experimento 12-2011</b>	$y=5,8249 \cdot x$ 0,9962

Para una ley del 100% según la línea de regresión asimétrica, se obtendrían un parámetro P2 de 582, mientras que en una activación cíclica simétrica se obtendrían un valor medio de P2 en los dos experimentos simétricos es de 467. Esto significa que en el proceso asimétrico, el parámetro P2 ha aumentado en la realidad un 25%, incluso superior al previsto en el modelo teórico que suponía una mejora del 16%.

En conclusión, se constata que el proceso cíclico asimétrico ofrece un mayor parámetro P2 que el proceso simétrico, conservándose un elevado coeficiente de correlación, y por tanto el proceso cíclico asimétrico es mejor que el proceso cíclico simétrico a iguales características de proceso.



## **7 DISCUSIÓN DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES**

Se ha partido de los resultados de la tesis anterior según los cuales se aconsejaba modificar el equipo de laboratorio empleado para la realización de activación cíclica, es decir, con ciclos de activación y lectura repetidos. Se preveía que esta solución iba a ser ventajosa respecto a la activación única al ofrecer una mayor lectura de la radiación gamma emitida por la muestra de espato flúor irradiada. Se estableció en esta tesis un modelo que era necesario comprobar.

Las primeras tareas han consistido en la modificación del prototipo incorporando un motor lineal encargado del desplazamiento preciso de la muestra y su exacto posicionamiento frente a la fuente de neutrones y frente al detector de radiación.

Se ha modificado el sistema de manipulación de las muestras para realizar la activación cíclica, para lo cual se ha dispuesto un nuevo tubo guía del portamuestras, de sección circular y de eje horizontal, situado en el interior del anterior tubo guía del portamuestras, de sección cuadrada.

Ha sido necesario diseñar, calcular, seleccionar, e instalar el motor lineal así como la realización de un programa informático de control simultáneo del motor lineal y del programa de adquisición del espectro gamma para realizar los ciclos establecidos para cada tiempo de proceso y de captura del espectro durante la fase de lectura del ciclo.

Se han seleccionado las muestras que proceden de la planta de concentración de espato flúor situada en Ribadesella y de la empresa MINERSA de siete leyes diferentes que abarcan entre 2,28% a 97,60%.

Se han diseñado ocho series de experimentos que permiten cubrir los objetivos de esta tesis que se pueden resumir en un punto: realizar un procedimiento que permita mejorar el método de activación neutrónica para determinar el contenido de fluorita en muestras de espato flúor.



En esta serie de experimentos se han realizado 52 medidas sobre cada una de las siete muestras de espato y 52 ensayos sobre muestras en blanco. En total se han realizado 416 medidas.

Se ha confirmado la validez del método de activación neutrónica para la determinación del contenido en fluorita de muestras procedentes de una planta de concentración. Se han confirmado las previsiones estipuladas por el modelo matemático propuesto en la tesis anterior. Se ha propuesto un nuevo modelo para un método de activación cíclica con ciclos asimétricos y se ha comprobado experimentalmente que se cumplen las ventajas propuestas.

## 7.1 Conclusiones

En los distintos puntos del Apartado 6, se han llegado a las siguientes conclusiones organizadas por capítulos:

1. Respecto al parámetro más adecuado para el análisis del espectro del  $^{16}\text{N}$  con un detector BGO.

Se han considerado diferentes parámetros extraídos del espectro de Rayos Gamma adquirido en el detector del tipo BGO. Dos de los parámetros se refieren a la intensidad de la radiación gamma (altura de los picos) correspondientes a la emisión del  $^{16}\text{N}$ . Otros tres parámetros se refieren a la suma de cuentas (área encerrada bajo el espectro gamma) en un intervalo de energías dado. Se ha llegado a la conclusión de que los parámetros que representan el área correlacionan mejor con la ley de las muestras, y entre estos, se considera el intervalo de energías representativo del  $^{16}\text{N}$ , con detector BGO, al comprendido entre las energías 5250 y 6250 keV. Este parámetro que ha servido de comparación se ha llamado **P2**.

2. Respecto a los resultados experimentales y los previstos teóricamente.



Se ha desarrollado un modelo matemático teórico que caracteriza la evolución de la concentración de  $^{16}\text{N}$  en la muestra durante un proceso de activación cíclica, y su relación con el área bajo la curva del espectro de Rayos gamma en un intervalo de energía. A través de este modelo, se han determinado las características con vistas a optimizar el proceso. En consecuencia se ha determinado, para cada tiempo de proceso el número de ciclos que hacen que la radiación gamma emitida sea máxima.

Posteriormente se han ejecutado experimentos con distintas características de proceso. Se ha evaluado la intensidad de la radiación gamma según el número de ciclos para cada tiempo de proceso y se ha comprobado que el grado de acuerdo entre los resultados experimentales en activación cíclica y los previstos según el modelo teórico que expresa la evolución de la concentración de  $^{16}\text{N}$  es muy elevado, con un coeficiente de correlación de 0,91 en tiempo total de proceso de 100 s, y de 0,99 en un tiempo total de proceso de 200s.

### 3. Respecto al fondo.

Se ha denominado relación F/C a la relación entre el parámetro P2 obtenido al activar una muestra sin flúor (muestra en blanco) y el parámetro P2 obtenido al activar una muestra de fluorita con una ley del 97,6%. Indica la influencia del entorno del experimento en el espectro de la muestra. Se ha comprobado que para una activación cíclica realizada con el número óptimo de ciclos para un tiempo de proceso dado, la relación F/C es la mínima, menor a la relación obtenida con un número de ciclos muy bajo, e incluso en una activación única. También se ha comprobado que esta relación es muy elevada cuando el tiempo de activación es muy pequeño, lo cual ocurre si el número de ciclos es muy elevado.

### 4. Respecto a la resolución de los detectores.



En la tesis anterior se observó que la resolución del detector de NaI de 2x2" era muy baja y se recomendaba el uso de un detector del tipo BGO. Efectivamente, se ha comprobado que el detector BGO tiene una mayor resolución para elevadas energías ( $r = 0,0347$  del BGO frente a  $r = 0,1328$  del NaI- a mayor  $r$  menor resolución-), siendo capaz de distinguir picos entre energías muy próximas.

5. Respecto al error de la medida.

Se han repetido distintos experimentos varias veces con objeto de determinar las características de los ensayos que originan menores errores de medida. Se ha comprobado que los errores de medida son menores en aquellos experimentos que han usado detectores tipo BGO y el que el número de ciclos es mayor.

6. Respecto a la determinación de la ley en fluorita a partir del espectro de radiación gamma emitido por la muestra irradiada.

Se ha encontrado que la calibración del parámetro de control P2 es lineal para todas las leyes. Una vez definido el experimento más adecuado para un tiempo de proceso dado existe una calibración con un coeficiente de correlación muy elevado. Para un tiempo de proceso, por ejemplo, de 200 segundos el número de ciclos óptimo es de 7 u 8, el coeficiente de correlación es superior a 0,997 y la recta de calibración es " $ley[\%] = 0,099 \cdot P2$ ", según los experimentos 30-2011 o 31-2011. De la misma manera se encuentra el número de ciclos óptimo para cualquier tiempo de proceso y la recta de calibración para determinar la ley a partir del parámetro P2.

A través del estudio del experimento 7-2011, con un tiempo de proceso de 350s y 13 ciclos de activación – lectura, se ha comprobado el error en la medida está comprendido entre el 1 y el 3% para leyes mayores del 27% (Tabla 46).





## 7. Respecto al cambio de diseño del prototipo.

Las modificaciones realizadas en el prototipo necesarias para ejecutar la activación cíclica, han supuesto un empeoramiento en la intensidad de la radiación gamma emitida por la muestra, respecto al diseño anterior. Es decir, se ha reducido el parámetro P1-2007 en los experimentos monociclos del 2011 respecto a los experimentos, realizados en las mismas circunstancias en el año 2007.

Las causas de esta reducción pueden ser múltiples como se aprecia en el esquema mostrado en la Figura 211.

Se ha estudiado la repercusión del recipiente contenedor de las muestras. Anteriormente, se introducía la muestra en un recipiente de PP, lo que implicaba una mayor reducción de la activación de la muestra en relación con la situación actual en la que la muestra está en un recipiente de PVC. La atenuación de los neutrones depende de la concentración de hidrógeno [%H] en el material que tiene que atravesar el flujo de neutrones para llegar a la muestra. En este caso el recipiente contenedor. Se ha mostrado que el PP tiene una mayor concentración en [%H], por lo que produce una mayor atenuación de los neutrones, y por lo tanto una menor activación de la muestra.

Por otro lado, el nuevo recipiente de PVC supone una mayor reducción en la radiación gamma que llega al detector comparado con la situación anterior. Esta reducción está directamente relacionada con el producto de la densidad del material por el espesor del mismo [ $\rho \cdot e$ ] que tiene que atravesar la radiación gamma.

El efecto combinado de ambos fenómenos se puede comprobar a comparar el producto de [ $\rho \cdot e$ ] · [%H]. Se ha demostrado que el empleo de distinto material en el contenedor de la muestra no justifica una diferencia de valores del parámetro P1-2007 entre los experimentos según el prototipo



manual 2007 y el automático 2011, observada en la experimentación y puesta en evidencia en la Figura 209.

Luego, la reducción del parámetro P1-2007 en los experimentos con el prototipo automático se debe a los otros factores contemplados en el esquema de la Figura 209, y más en concreto, a la introducción del nuevo tubo guía del portamuestras, y a la reducción del ángulo sólido de neutrones respecto a la muestra, o lo que es lo mismo, a la mayor distancia existente entre la muestra y la fuente de neutrones.

#### 8. Respecto a la metodología para el diseño de un experimento.

A la vista de los resultados se puede concluir que los errores de medida son menores cuanto mayor es el valor del parámetro P2, y este es mayor cuanto mayor sea el tiempo de proceso. En consecuencia, es conveniente usar tiempos de proceso lo más alto posible. Por otra parte, para cada tiempo de proceso se encuentra, según el modelo matemático propuesto y validado, el número de ciclos simétricos más adecuado pues es con el que se obtiene mayor parámetro P2 y menor relación F/C. Una vez realizada la calibración con muestras de referencia, se puede utilizar la recta de calibración para determinar el contenido en flúor de muestras de espato en similares condiciones que las del experimento.

Se ha comprobado que el modelo planteado de ejecución de una activación cíclica con ciclos desiguales (ciclo asimétrico) mejora el parámetro P2 y con ello reduce el error de medida. Este hecho se ha constatado con un único experimento y es recomendable estudiar más a fondo este hecho para tener una garantía total.



## 7.2 Criticas a los resultados

Esta tesis, como se ha indicado anteriormente, tiene como objetivo mejorar el procedimiento de determinación del contenido en flúor en muestras de mineral de espato flúor procedentes de distintos puntos de una planta de concentración de mineral y es una continuación de una tesis anterior. Esta tesis ha avanzado considerablemente en la mejora del procedimiento, si bien, durante las experimentaciones se ha abierto una nueva vía de experimentación que es necesario seguir, y que posiblemente den lugar a nuevas tesis en esta línea. Sin embargo, al avanzar en un aspecto se ha empeorado en otro. Por ejemplo, al intentar mejorar el prototipo de forma que se pueda desplazar automáticamente la muestra en un tiempo determinado hasta unas posiciones definidas con gran precisión, se han introducido nuevos componentes en el prototipo, y, lo que es más importante, se ha aumentado ligeramente la distancia entre la fuente de neutrones y la muestra. También ha cambiado la geometría de la interacción de los neutrones. Esto ha llevado a la consecuencia de que, en igualdad de condiciones de experimentación que con el prototipo anterior, el parámetro de control P es menor con el prototipo nuevo, y en consecuencia esto supone un empeoramiento del diseño.

A efectos totales, este empeoramiento se ve compensado por la mejora introducida en la realización cíclica y por el uso del detector BGO, pero debería ser mejorado el diseño, para que en su nueva geometría se alcancen, al menos, los valores del parámetro P similares a los alcanzados con el anterior prototipo.

## 7.3 Propuestas de investigaciones futuras en esta línea

Con los resultados obtenidos hasta la fecha, se plantean nuevas metas que serán objeto de nuevas tesis y trabajos de investigación:



- Incrementar el valor del parámetro de control P2, para lo cual:
  - Se modificará el diseño del prototipo automático para evitar la atenuación de los neutrones,
  - Se dispondrá de unas placas de grafito en la parte de la fuente opuesta a la muestra, de manera que se reflejen neutrones hacia la muestra consiguiendo aumentar el flujo de neutrones.
  - Se aumentará el tiempo de proceso, hasta valores elevados, por ejemplo, a 3600s puesto que como se ha visto, implicaría aumentar el valor del parámetro P2, reduciendo el error relativo.
  - Se llevarán a cabo ciclos asimétricos puesto que hasta el momento solamente se ha podido realizar un proceso cíclico de este tipo, que ha servido para verificar que se produce una mejora respecto al proceso simétrico, según lo previsto en el modelo teórico.
- Comprobar los resultados utilizando un equipo de detección diferente:
  - Detectores de otro tipo como el BGO y otras dimensiones, por ejemplo de 3x3”.
  - Detectores de NaI de mayores dimensiones.
- Utilizar el sistema para detectar otros elementos de interés en la comercialización de la fluorita, como puede ser la sílice o el mercurio.
- Utilizar el método de activación neutrónica cíclica en la determinación de otras sustancias relacionadas con las instalaciones mineras, por ejemplo, el cemento, el oro... etc.
- Desarrollar, modificando el diseño actual un equipo para el análisis on line de la pulpa de la fluorita en tuberías.



## 7.4 Publicaciones asociadas con esta línea por parte del equipo de investigación Q-Thermie

En el transcurso de las investigaciones de esta tesis, y como resultado de la tesis anterior, o de los experimentos de esta misma tesis, se han realizado las siguientes publicaciones:

- Alonso-Sánchez T., Rey-Ronco M.A., Castro-García M.P., Carnero-Rodríguez F.J. "*Design for an asymmetrical cyclic neutron activation process for determining fluorite grade in fluorspar concentrate*". Journal of Mathematical Chemistry **50** (2012) 394-409.
- Rey-Ronco M.A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M.P. "*A neutron activation technique based on deferred gamma rays applied to the quantification of fluorine in fluorspar mining samples*". Journal of Physics: Conference Series, 325 012021 (2011).
- Rey-Ronco M.A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M.P. "*Neutron activation of deferred gamma rays: steps to determine the usefulness of this technique in analyzing elements of a mineral sample*". Journal of Physics: Conference Series **325** 012025 (2011).
- Alonso-Sánchez T., Rey-Ronco M.A., Castro-García M.P. "*A neutron activation technique for the analysis for fluorine in fluorspar samples*". International Journal of Mineral Processing, **94** (2010) 1-13.
- Rey-Ronco M.A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M. P. "*Mathematical study to improve the sensitivity in the neutron activation analysis of fluorspar*". Journal Mathematical Chemistry **48** (2010).165-174.
- Rey-Ronco M.A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M.P. "*Production of  $^{16}\text{N}$  and obtaining of its gamma spectrum in order to calibrate detectors or determination of fluorine in geological specimens*". Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with



Materials and Atoms **268** (2010).2766-2772.

- Rey-Ronco M.A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M.P. "*Modeling of neutron activation process with Americium Beryllium source. Application to the activation of fluorspar samples*". Journal of Mathematical Chemistry **50** 2 (2010) 325-334.



## REFERENCIAS

- [1] Aidid S.B. Determination of trace elements in leaves of tropical trees in Malaysia by neutron activation analysis. *Journal Radioanalytical Chemistry* **120** (1988) 335-344.
- [2] Alfassi Z.B., Tsechansky A., Kushelevsky A.P. On the Correction of the Self Coincidence in Gamma Ray Spectra Dependence of Resolution Time on Energy. *Journal Radioanalytical Chemistry* **55** (1980) 135–139.
- [3] Alfassi, Z.B. (1990). *Activation Analysis, Volumes I and II*. CRC Press: Boca Raton, FL.
- [4] Alfassi, Z.B. (1994). *Chemical Analysis by Nuclear Methods*. John Wiley and Sons: New York, NY.
- [5] Al-Jabori G.E. Determination of impurities in zircaloy by means of neutron activation analysis. *Journal Radioanalytical Chemistry* **120** (1988)141-146.
- [6] Allen J. S. V., Pool M. L., Kurbatov J. D., Quill L. L.. Artificial Radioactivity of  $Ti^{45}$ . *Phys. Rev* **60** (1941) 425–429.
- [7] Al-Mugrabi M. A., Spyrou N. M. The use of simulation for the optimisation of the signal-to-noise ratio in cyclic activation analysis *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **110** (1987) 67-77.
- [8] Alonso-Sánchez T., Rey-Ronco M.A, Castro-García M.P. A neutron activation technique for the analysis for fluorine in fluorite samples. *International Journal of Mineral Processing* **94** (2010) 1-13.
- [9] Alonso-Sánchez T., Rey-Ronco M.A., Castro-García M.P., Carnero-Rodríguez F.J. Design for an asymmetrical cyclic neutron activation process for determining fluorite grade in fluorite concentrate. *Journal of Mathematical Chemistry* **50** (2012) 394-409.



- [10] Anazawa K., Tomiyasu T., Sakamoto H. A rapid and non-destructive method of fluorine determination using fast-neutron activation analysis. *Analytical Science* **17** (2001) 217.
- [11] Anders O.U. Activation Analysis for Plant Stream Monitoring. *Nucleonics* **20** (1962) 78-83.
- [12] Anders O.U. Determination of Fluorine by Neutron Activation. *Analytical Chemistry* **32** (1960) 1368-1369.
- [13] Anders O.U. Use of Very-Short-Lived Isotopes in Activation Analysis. *Anal. Chem* **33** (1961) 1706-1709.
- [14] Anderson D. L., Cunningham W. C., Alvarez G. H. Multielement analysis of foods by neutron capture prompt  $\gamma$ -ray activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **167** (1993) 139-144.
- [15] Anderson D. L., Cunningham W. C., Mackey E. A. Neutron capture prompt- $\gamma$  activation analysis of foods. *Biological Trace Element Research* **26-27** (1990) 613-622.
- [16] Ando A., Okai T., Igarashi T., Sudo S., Marumo S., Itoh., Terashima. JLK-1, JLs-1 and GSJ rock reference samples of the "sedimentary rock series" *Bulletin of the Geological Survey of Japan* **41** (1990) 27-48.
- [17] Bajo S., Tobler L., Wyttenbach A., 1988. Determination of the total contents and the availability of elements in a forest soil by neutron activation analysis. 19th annual meeting of European society of nuclear methods in agriculture, Viena.
- [18] Bajo S., Wyttenbach A. Instrumental neutron-activation determination of phosphorous in biological materials by bremsstrahlung measurement. *Talanta* **35** (1988) 747-751.
- [19] Bédard L. P., Linge K. L. GGR Biennial Review: Atomic Absorption, Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry, Neutron Activation Analysis and X-Ray Fluorescence Spectrometry Review for





- 2008–2009. *Geostandards and Geoanalytical Research* **34** (2010) 343–352.
- [20] Bennyhoff J.A., Heizer R.F. Neutron activation analysis of some Cuiculco and Teotihuacan pottery: archaeological interpretation of results *Am. Antiquity* **30** (1965) 348.
- [21] Bezomes R., Verot J. Analyse au continu de la fluorine dans les pulpes de laverie par activation neutronique. *Ind. Mine. Techn.* **12** (1980).
- [22] Bishop R.L., Blackman M.J. Instrumental Neutron Activation Analysis of Archaeological Ceramics: Scale and Interpretation. *Acc. Chem. Res* **35** (2002) 603–610.
- [23] Bishop R.L., Canouts V., Crown P.L., De Atley S.P. Sensitivity, precision, and accuracy: their roles in ceramic compositional data bases *Am. Antiquity* **55** (1990)537.
- [24] Blackman M. J., Bishop R. L. The smithsonian–nist partnership: the application of instrumental neutron activation analysis to archaeology. *Archaeometry* **49** (2007) 321-341.
- [25] Blake K.R., Parker C.V., England L.D., Morgan J.L. *Proc. Inst. Soc. Of America Meeting, Houston* (1966) 141.
- [26] Blake K.R., Parker C.V., England L.D., Morgan J.L., Sibero R.D. *Interim Technical Rept 3* (1966).
- [27] Bode P., Lindstrom R. M. Advanced detector systems: What do they have to offer for activation analysis? *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **167** (1993) 187-195.
- [28] Borsaru M., Biggs M., Nichols W., Bos F. The application of prompt-gamma neutron activation analysis to borehole logging for coal. *Applied Radiation and Isotopes* **54** (2001) 335-343.
- [29] Borsaru M., Charbucinski J., Eisler P., Ceravolo, C. Coal ash determination in dry boreholes by the neutron capture technique. *Nucl. Geophys* **2** (1988)



201-206.

- [30] Borsaru M., Mathew P. Fast neutron activation analysis of bulk coal samples for alumina, silica and ash. *Analytica Chimica Acta* **142** (1982) 349-354.
- [31] Borsaru M., Ceravolo C. A low activity spectrometric gamma-gamma borehole logging tool for the coal industry. *The International journal of radiation applications and instrumentation. Part E. Nuclear geophysics* **8** 4 (1994) 343-350.
- [32] Borsaru, M., Biggs, M.S., Nichols, W.J.F. Neutron-gamma logging for iron in coal and implications for estimating the ash fusion characteristics at Callide Mine. *Nucl. Geophys* **7** (1993) 539-545.
- [33] Böttger M.L., Birnstein D., Niese S. Determination of Mg, Ti, Ni and Zn in semiconductor silicon by deuteron activation analysis. *J. Radianal. Nucl. Chem* **122** (1988) 341-346.
- [34] Braun H., Riffel F. Erfahrungen beim industriellen Einsatz der Flotation on-stream Aktivierungsanalyse in der Flotation. *Aufbereit-Technik* **20** (1979) 297.
- [35] Braun H., Riffel F. On-line slurry analyses by californium-252. *Journal of Radioanalytical Chemistry* **38** (1977) 125-132.
- [36] Brewers J.M., Flack F.C. Determination of fluorine by prompt gamma radiation from proton bombardment. *Analyst (London)* **97** (1969) 7-14.
- [37] Bujdosó E. Analysis by nuclear reactions and activation. *Journal of radioanalytical and Nuclear Chemistry* **139** (1990) 177-202.
- [38] Burholt G.D., Caesar E.A.Y., Jones T.C. The Fast Cyclic Activation System for Neutron Activation Analysis in the University of London Reactor. *Nucl. Instrum. Methods* **204** (1982) 231-234.
- [39] Busamongko A. Study of nutrients and toxic minerals in rice and legumes



- by instrumental neutron activation analysis and graphite furnace atomic absorption spectrophotometry. *Journal of Food Composition and Analysis* **23** (2010) 340-345.
- [40] Bushkov, A.P., Prokopchik, V.I. Determination of fluorite by activation analysis. *At. Énerg.* **29** (1970) 50.
- [41] Caldwell R.L., Mills WR, Allen LS, Bell PR, Heath RL. Combination Neutron Experiment for Remote Analysis. *Science* **152** (1966):457-465
- [42] Capannesi G. Caroli S., Rosada A Evergreen oak leaves as natural monitor in environmental pollution. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **123** (1988) 713-729.
- [43] Charbucinski J. 1993. Comparison of spectrometric neutron-gamma and gamma-gamma techniques for in situ assaying for iron grade in large diameter production holes. *Nuclear Geophysics* **7** (1993) 133- 141.
- [44] Charbucinski, J., Youl, S.F., Eisler, P.L., Borsaru, M. Prompt neutron-gamma logging for coal ash in water-field boreholes. *Geophysics* **51** (1986) 1110-1118.
- [45] Chatt A., DeSilva K.N, Holzbecher J., Stuart D.C., Tout R.E., Ryan D.E. Cyclic Neutron Activation Analysis of Biological and Metallurgical Samples. *Can. J. Chem* **59** (1981) 1660–1664.
- [46] Chattapadhyay A., DeSilva K.N. Pseudo-cyclic neutron activation analysis. Analysis of Ag, F, Rb, Sc and Se in biological samples. *Trans. Am. Nucl. Soc* **32** (1979) 185-186.
- [47] Chaudhri M.A., Burns G., Reen E., Rouse J.L., Spicer B.M. A methos for charged particle activation analysis and its application to fluorine determination by the  $^{19}\text{F}(\text{p}, \alpha\gamma)^{16}\text{O}$  reaction. *J. Radioanal. Chemis* **47** (1977) 243-253.
- [48] Chermeninov V.B. Borehole influence on the spectral shape of induced gamma-radiation of  $^{16}\text{N}$ . *Atomnaya Energiya* **66** (1989) 349-351.



- [49] Chettle D. R., Fremlin J. H. Techniques of in vivo neutron activation analysis. *Phys. Med. Biol* **29** (1984) 1011-1043
- [50] Chiba M. Determination of fluorine in steel-making slags by the 14MeV neutron activation analysis. *Trans. Nat.Res.Inst.Met* **23** (1981) 265-272.
- [51] Clark P.J, Neal G.F, Allen RO.O. Quantitative multielement analysis using high energy particle bombardment. *Anal. Chem* **47** (1975) 650-658.
- [52] Clayton C.G., Hassan A.M., Wormald M.R.. Multi-element analysis of coal during borehole logging by measurement of prompt  $\gamma$ -rays from thermal neutron capture. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes* **34** 1 (1983) 83-93.
- [53] Cocherie A., Volfinger M. , Meyer G. Determination of the noble metals in chromites and other geological materials by radiochemical neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **113** (1987) 133-143.
- [54] Coleman M. E., Glascock M. D., Robertson J. D. A new method for the analysis of titanium, barium, and arsenic in obsidian via epithermal neutron activation analysis. *J Radioanal Nucl Chem* (2010). Available from DOI: 10.1007/s10967-010-0853-5.
- [55] Colin M., Friedli C., Lerch P. Heavy ions activation analysis: Theoretical approach for optimizing cyclic analyses. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* **10-11** (1985) 1062-1064.
- [56] Croudace I., Randle K. A rapid and non-destructive method of fluorine determination using fast-neutron activation analysis. *Chemical Geology* **67**(1988) 165-170.
- [57] Croudace I., Randle K. Fluorine abundances of twenty nine geological and other reference samples using fast neutron activation analysis. *Geostandards and Geoanalytical Research* **17**(1993) 217-218.



- [58] Darwin V. E, 1987. Well Logging for Earth Scientists. Springer, 2nd Edition. Richmond, UK
- [59] De Jesus A.S.M.; Van der Berg, G.W.J. On-line determination of fluorspar in a circulating ore slurry by nuclear technique At. Energy Board (S. Afr.) **236** (1974) 11.
- [60] De Norre L., Beeck J., Hoste J. Determination of fluorine in zinc ores using an isotope neutron source based automated neutron activation analysis system. Journal of Radioanalytical Chemistry **59** (1980) 453-466.
- [61] Dennis C.L., Givens W.W., Hickman J.B., 1974. United States Patent. Natural gamma radiation borehole logging system.
- [62] DeSilva K.N, Chatt A. A method to improve precision and detection limits for measuring trace elements through short-lived nuclides. J.Trace Microprobe Tech **1** (1981) 307-337.
- [63] Dresser Atlas, 1983. Well logging and interpretation techniques: the course for home study. Dresser Atlas, Dresser Industries, Houston, TX.
- [64] Dului O. G., Cristache C. I., Oaie G., Ricman C., Culicov O. A., Frontasyeva M. V.. Epithermal Neutron Activation Analysis of Some Geological Samples of Different Origin. AIP Conf. Proc **1203** (2010) 489-494.
- [65] Egan A., Spyrou N.M. Determination of lead via lead-207m using cyclic activation and a modified sum-coincidence system. Anal. Chem **48** (1976) 1959-1962.
- [66] Ehmann W.D., Baedeker P.A., McKown D.M. Gold and iridium in meteorites and some selected rocks. Geochimica et Cosmochimica Acta **34** (1970) 493-507.
- [67] Ehmann W.D., Gillum D.E.. Platinum and gold in chondritic meteorites. Chemical Geology **9** (1972) 1-11.



- [68] Eisler P. L., Huppert, P., Mathew, P. J., Wylie, A. W., and Youl, S. F. 1977. Use of neutron-capture gamma radiation for determining grade of iron ore in blast holes and exploration holes, in Nuclear Techniques and Mineral Resources 1977. Proceedings Symposium IAEA:Vienna (1977) 215.
- [69] Elayi A.G., Damiami P., Collet P., Gruel K., Widemen F. Grenier G, Parisot D. 14MeV neutron activation analysis of Gaulish silver alloyed coins. *J.Radioanal. Nucl.Chem* **89** (1985) 113-122.
- [70] El-Ghawi U. M., Al-Sadeq A. A., Bejey M. M., Alamin M. B.. Determination of selenium in Libyan food items using pseudocyclic instrumental neutron activation analysis. *Biological Trace Element Research*. **107** (2005) 61-71.
- [71] El-Ghawi UM, Al-Sadeq AA, Bejey MM, Alamin MB. Determination of selenium in Libyan food items using pseudocyclic instrumental neutron activation analysis. *Biol Trace Elem Res* **107** (2005) 61-72.
- [72] Ellis D.V., Perchonok R.A., Scott H.D., Stoller C. Adapting wireline logging tools for environmental logging. *Trans SPWLA 36th Annual Logging Symposium*, paper C (1995).
- [73] Ellis D.V., Singer J.M., 1987. *Well Logging for Earth Scientists*, 2nd Edition. Springer.
- [74] El-Taher A. Rare earth elements content in geological samples from eastern desert, Egypt, determined by instrumental neutron activation analysis. *Applied Radiation and Isotopes* **68** (2010) 1859-1863.
- [75] Emeleus V.M. The technique of neutron activation analysis applied to trace element determination in pottery and coins *Archaeometry* **1** (1958) 6.
- [76] Emeleus V.M., Simpson G. Neutron activation analysis of ancient Roman potsherds *Nature* **185** (1960) 196.
- [77] Esprit M., Vandecasteele C., Hostle J. Determination of fluorine in



- geological materials by fast neutron activation based on the  $^{19}\text{F}(n,2n)^{18}\text{F}$  reaction. *Anal. Chim. Acta* **162** (1984) 57-65.
- [78] Ettinger K.V, (1988). In vivo nuclear activation analysis. Ed. R. Cesareo. Nuclear Analytical Techniques in Medicine. Elsevier, Amsterdam.
- [79] Fabry L., Pahlke S., Kotz L. , Tölg G. Trace-analytical methods for monitoring contaminations in semiconductor-grade Si manufacturing. *Journal of Analytical Chemistry* **349** (1994).
- [80] Fanger H.U., Ppepelnik R., A., Michaelis W. Fast neutron activation analysis with short-lived nuclides. *J.Radioanal Chem* **61**(1981) 147-163.
- [81] Fertl, W.H. Gamma ray spectral data assists in complex formation evaluation. *Log Anal (United States)* **20** 5 (1979) 3-37.
- [82] Flagg J., Wiig E. Tracer Isotopes in Analytical Chemistry. *Ind. Eng. Chem. Anal. Ed* 13 (1941) 341–345.
- [83] Flanagan WD, Bramblett RL, Galford JE, Hertzog RC, Plasek RE, Olesen JR. A new generation nuclear logging system. *Trans SPWLA 32nd Annual Logging Symposium*, paper Y (1991).
- [84] Fuge R. the automated colorimetric determination of fluorine and chlorine in geological samples. *Chem. Geol* **17** (1976) 37-43.
- [85] Givens W. W., (1976). Coal logging system. USA Patent 4066892.
- [86] Givens W.W, Mills W.R., Caldwell L. Cyclic activation analysis. *Nuclear Instruments and Methods* **80** (1970) 95-103.
- [87] Givens W.W, Mills W.R., Caldwell L. *Proc.Int. Conf. On Modern Trends in Activation Analysis*, 1968. Gaithersburg Maryland. NBS Special Publ **312** (1969) 929.
- [88] Givens W.W., Mills W.R., Allen L.S., Bell P.R., Heath R.L. Combination neutron experiment for remote analysis. *Science* **152** (1966) 457-465.
- [89] Givens W.W., Mills W.R., Caldweel R.L. Cyclic activation analysis.



Proceedings of international conference on modern trends in activation analysis. Gaithersburg, Maryland.

- [90] Gluck P., McFarling J.L., Kircher J.F. D.N Sunderman. Studies of on-stream production of short-lived intrinsic radiotracers for industrial process control. Technical Report (1962) 56.
- [91] Goldberg D, Meltser A, ODP Leg 191 Scientific Party., 2001. High vertical resolution spectral gamma ray logging: a new tool development and field test results. Trans SPWLA 42nd Annual Logging Symposium, paper JJ.
- [92] Goldberg D., Meltser A., High vertical resolution spectral gamma ray logging: a new tool development and field test results. Trans SPWLA 42nd Annual Logging Symposium, paper JJ. ODP Leg 191 Scientific Party (2001).
- [93] Göldner R., Maul E., Wagner D. An equipment for the on-line determination of the fluorine, silicon and barium content of fluorspar and baryte ores. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry Articles **174** (1993) 35-42.
- [94] Górski L., Lenda A., Przewlocki K. Development of radiometric methods for mining and geological measurements in the Polish People's Republic. Atomic Energy **27** 5 (1969)1229-1239.
- [95] Govindaraju K. Compilation of working values and sample description for 272 geostandards. Geostandards, Geostandards Newsletter (Special Issue) **13** (1989) 1-113.
- [96] Gräfe J.L., McNeill F.E., Byun S.H., Chettle D.R. , Noseworthy M.D. A benchmarked MCNP model of the in vivo detection of gadolinium by prompt gamma neutron activation analysis. Nucl. Instr. and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms **268** (2010) 2451-2457.
- [97] Guinn V. P., Wagner C. D. Instrumental Neutron Activation Analysis.





- Anal. Chem **32** (1960) 317–323.
- [98] Guinn V.P. Past, present, future of neutron activation analysis. *Journal of radioanalytical and Nuclear Chemistry* **160** (1992) 9-19.
- [99] Harbottle G., 1976. Activation analysis in archaeology *Radiochemistry*. vol 3, ed GWANewton (London: The Chemical Society).
- [100] Herman M., 2011. Experimental Nuclear Reaction Data (EXFOR / CSISRS). Available from: <http://www.nndc.bnl.gov/>
- [101] Hevesy G., Levi H. Det. Kgl. Danske Videnskabernes Selskab. *Mathematisk- Fysiske Meddelelser* **14**(1936) 3.
- [102] Hoffman E. L., Naldrett A. J., Van Loon J. C., Hancock R. G. V., Manson A. The determination of all the platinum group elements and gold in rocks and ore by neutron activation analysis after preconcentration by a nickel sulphide fire-assay technique on large samples. *Analytica Chimica Acta* **102** (1978) 157-166.
- [103] Hou X. Cyclic activation analysis. *Encyclopedia of analytical chemistry*. Ed. R.A Meyers, 2000.
- [104] Hou X., Determination of iodine and bromine using Epithermal Neutron Activation Analysis, *Rock and Mine Analysis* **14** (1995), 31.
- [105] Hou X., Zhang Y., Chai C., Liu G., Wang K., Qinfang Q. A study of six elements daily dietary intake of Chinese people. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **222** (1997) 165-170.
- [106] Hou X.L., Das H.A. Accuracy, Precision and Sensitivity in Cyclic INAA with Short-lived Radionuclides. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **223** (1997) 67–72.
- [107] Huber A., Böhm G., Pahlke S. Industrial applications of instrumental neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **169** (1993) 93-104.



- [108] Ila P. Determination of Total Oxygen in Standard Rocks by Cyclic Activation Analysis Using 14MeV Neutron Generator. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **148** (1991) 415–422.
- [109] Ismail S. S., Grass F., Westphal G. P. A new highly efficient set-up for cyclic and pseudocyclic short time activation analysis with high count rates. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **233** (1998) 149-153.
- [110] Ismail S.S., Grass F., Westphal G.P. A New Efficient Set-up for Cyclic and Pseudocyclic Short Time Activation Analysis with High Count Rates. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **233** (1998) 149–153.
- [111] Ivanov I. N., Nikolaenko O. K., Shtan A. S. Methods and equipment of industrial activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **90** (1985) 189-196.
- [112] Jan Y.M., Harrell J.W. MWD directional-focused gamma ray – a new tool for formation evaluation and drilling control in horizontal wells. *Trans SPWLA 28th Annual Logging Symposium*, paper A (1987).
- [113] Janczyszyn J., Stochalski A.J. Determination of pit-coal ash content with the use of an ( $\alpha$ , n) neutron source. *Analytica Chimica Acta* **138** (1982) 199-205.
- [114] Joshi G.C., Agrawal H.M. Multielemental Analysis of Soil Samples by Fast Neutron Activation. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **198** (1995) 475–485.
- [115] Kartashev E. R., Shtan' A. S. A neutron analyzer for a flowing solution. A neutron analyzer for a flowing solution. *Atomic Energy* **23** (1967) 472–473.
- [116] Kennedy G., Hobeika S. Pseudocyclic activation analysis of geological material. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **151** (1991) 47-53.
- [117] Khurd A., 1986. Elemental analysis of major and trace elements in meteorite “KRIMKA” by neutron activation analysis (in arabic). *Aalam Al-*



Zarra. AAALÉ.

- [118] Kishi T. Forensic neutron activation analysis. The Japanese scene. *J. Radioanal. Nucl, Chem* **114** (1987) 275-280.
- [119] Kliment V., Tolgyessy J. Continuous neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical Chemistry* **10** (1972) 273-297.
- [120] Kolesov G.M. Determination of trace elements: Neutron-activation analysis in geochemistry and cosmochemistry. *Journal of Analytical Chemistry* **49** (1994) 57-65.
- [121] Krzysztof C., Zakowiecki D., Stefanowska J. Advanced tools for in vivo skin analysis *International Journal of Dermatology* **49** (2010) 492–499.
- [122] Kuleff I., Djingova R., 1990 Activation analysis in archaeology *Activation Analysis vol 2*, ed Z B Alfassi (Boca Raton, FL: Chemical Rubber Company).
- [123] Kustov V.N., Levitskaya O.N., Ivanenko V.V. Using neutron sources for determining fluorine in mineral concentration processes. *Atomic Energy* **74** (1993) 492-494.
- [124] Lavers B. A., Smits L. J. M., (1977). Recent Developments In Coal Petrophysics. Society of Petrophysicists & Well Log Analysts Volume XVIII, Number 1.
- [125] Leoni L., Menichini M., Saitta M. Determination of S, Cl, and F in silicate rocks by X-ray fluorescence analysis. *X-ray Spectrom* **11** (1982) 156-158.
- [126] Loetzsh W. Neutron capture gamma ray spectroscopy for the exploration of iron-bearing ores in boreholes. *Kernenergie* **7** (1960) 560.
- [127] Loska L., Janczyszyn J., Górski L. Optimization of parameters of a system for continuous activation analysis of liquids. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **14** (1973) 111-127.
- [128] Lukens H. R. Neutron activation analysis. *J. Chem. Educ.* **44** (1967) 668.



- [129] Magee V. The production and evaluation of semiconductor-grade silicon. Proceedings of the IEE. Electronic and Communication Engineering **106** (2010) 879 – 882.
- [130] Maki Y, Nojiri T., Masilungan B.A. The determination of fluorine by cyclic activation analysis method using Am-Be neutron source. Radioisotopes **23** (1974) 149-154.
- [131] Martin T.C., Mathur S.C., Morgan J.L. Intern. J. Appl. Radiation Isotopes **15** (1964) 331.
- [132] Martin T.C., Mathur S.C., Prudhomme T. Second National Meeting of the Society of Applied Spectrometry, San Diego. California, 1963.
- [133] Martin T.C., Morgan J.L., Hall J.D. Proc. Conf. Modern Trends in Activation Analysis, Texas (1965) 71.
- [134] Martin T.C., Prudhomme J.T, Morgan J.L. Developments in applied spectroscopy **5** (1966) 485.
- [135] Martin T.C., Rhodes J.R., Waters J.B. Interim Technical Rept (1967) 4.
- [136] Mathis G.L., Tittle C.W., Rutledge D.R., Mayer R. Jr., Ferguson W.E. A spectral gamma ray (SGR) tool. Trans SPWLA 25th Annual Logging Symposium, paper W (1984).
- [137] Mathis GL, Tittle CW, Rutledge DR, Mayer R Jr, Ferguson WE., 1984. A spectral gamma ray (SGR) tool. Trans SPWLA 25th Annual Logging Symposium, paper W.
- [138] Matthews I.P (1979). Prompt and delay gamma-ray measurement for ‘in-vivo’ neutron activation analysis using a cyclic system. University of Surrey. Doctoral Thesis.
- [139] Matthews I.P, Spyrou N.M. A cyclic neutron activation system using an isotopic neutron source for measurement of short-lived isotopes. 1st International Workshop on activation analysis with short-lived nuclides.



Vienna, 1980.

- [140] Matthews I.P, Spyrou N.M. Measurement of prompt and delayed gamma-rays with a cyclic system in In-vivo partial body activation analysis. 3rd Conference on Progress and Problems of In-vivo Activation Analysis. Newcastle, 1979.
- [141] Matthews I.P, Spyrou N.M. Partial-body in-vivo neutron activation using a flexible irradiation system capable of prompt, delay and cyclic analysis. 5th Symposium on Recent Developments in Activation Analysis, Oxford, 1978.
- [142] Maul E., Wagner D., Göldner R. SIACON—Equipment for the on-line determination of the silicon content of coal. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry Articles* **122** (1988) 245-251.
- [143] McFarling J.L., Gluck P., Kircher J.F. CH.W.Townley. Use of intrinsic radiotracers for industrial process control. D.N Sunderman. *Trans. Am. Nucl. Soc* **5** (1962) 198.
- [144] McMurdo K.W., Bowman W.W. Assay of fissile materials by a cyclic method of neutron activation and delayed-neutron counting. *Nucl.Instrum.Methods* **141** (1977) 299.
- [145] Mendoza A., Ellis D., Rasmus J.C. Why the LWD and wireline gamma ray measurement may read different values in the same well. Presented at the 1st International Oil Conference and Exhibition in Mexico, paper SPE 101718 (2006).
- [146] Miao S. Rhizome growth and nutrient resorption: mechanisms underlying the replacement of two clonal species in Florida Everglades. *Aquatic Botany* **78** (2004) 55-66.
- [147] Mickael M., Phelps D., Jones M.D. Design, calibration, characterization and field experience of new high-temperature, azimuthal, and spectral gamma ray logging-while-drilling tools. Presented at the 43rd SPE Annual



- Technical. Conference and Exhibition, paper SPE 77481(2002).
- [148] Morris, D. F. C. Neutron-activation analysis. *International Materials Reviews* **7** (1962) 241-281.
- [149] Nadkarni R. A., Morrison G. H. Determination of the Noble Metals in Geological Materials by Neutron Activation Analysis. *Analytical chemistry* **46** (1974) 232- 236.
- [150] Narzykulov N.B. Practical utilization of neutron activation analysis. *Atomnaya Energiya* **24** (1968) 104-105.
- [151] Neff H., Glascock M.D. The state of nuclear archaeology in North America *J. Radioanal. Nucl. Chem* **196** (1995) 2.
- [152] Nicholson K. Fluorine determination in geochemistry: errors in the electrode method of analysis. *Chem. Geol* **38** (1983) 1-22.
- [153] Nikolaenko O. K., Shtan' A. S. Apparatus for neutron activation analysis of oxygen content. *Atomic Energy* **23** (1967) 1231-1232.
- [154] Nonie S.E.B., Randle K., Blackband A.G. Development of a Computer-based System for Fast Neutron Cyclic Activation Analysis. *J. Radioanal. Nucl. Chem* **167** (1993) 89-95.
- [155] Ozek F. (1973). 'Cyclic Activation and Its Applications'. MSc Thesis, University of Surrey.
- [156] Parengam M., Judprasong K. , Srianujata S., Jittinandana S., Laoharajanaphand. Study of nutrients and toxic minerals in rice and legumes by instrumental neutron activation analysis and graphite furnace atomic absorption spectrophotometry. *Journal of Food Composition and Analysis* **23** (2010) 340-345.
- [157] Parker C.V., Martin T.C., Blake K.R., Morgan J.L. Continuous nuclear analysis of bulk material. *Mater. Eval* **25** (1967) 214-220.
- [158] Parr R.M., (1981). *Biomedical science*. Ed. S.Amiel. Nondestructive



- Activation Analysis. Elsevier, Amsterdam 139-174.
- [159] Parry, S.J., 1991. Activation Spectrometry in Chemical Analysis. John Wiley and Sons: New York, NY.
- [160] Peelman H.E, 1976. Simultaneous oxygen and silicon neutron activation well log using pulsed neutron source.
- [161] Popescu I., Badica T., Olariu A., Besliu C., Ene A., Ivanescu Al. Multielemental analysis of metallurgical samples by thermal neutron activation. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry **213** (1996) 369-376
- [162] Prokopchik V. I., Bushkov A.P., Bernadskii K.G. Use of neutron activation analysis for determining fluorite content in mining trolleys. Atomnaya Énergiya **27** (1969) 161–163.
- [163] Prokopchik V.I. Optimal conditions for neutron activation analysis for continuous determination of fluorite in a current of slurry. Atomnaya Énergiya **29** (1970) 50-51.
- [164] Prokopchik V.I., Subbotina T.I. Fluorite activation analysis assay in ore samples and in ore beneficiation products. Atomnaya Énergiya **21** (1966) 415-417.
- [165] Raghunadha R., Amares C. Determination of nanogram amounts of iodine in foods by radiochemical neutron activation analysis. Analyst **118** (1993) 1247-1251.
- [166] Randle K. The determination of fluorine in geological samples using accelerators derived neutrons. J.Radioanal. Nucl. Chem **90** (1985) 355-361.
- [167] Rao R. R., Holzbecher J., Chat A. Epithermal instrumental neutron activation analysis of biological reference materials for iodine. Journal of Analytical Chemistry **352** (1995) 53.
- [168] Rey Ronco M.A. Desarrollo de un método rápido basado en técnicas de



- activación neutrónica para la determinación del contenido en flúor de muestras de mineral de fluorita. Universidad de Oviedo, 2007. Doctoral thesis. ). [http://www.tesisenred.net/TDR-0802107-133201/index\\_cs.html](http://www.tesisenred.net/TDR-0802107-133201/index_cs.html)
- [169] Rey-Ronco M. A., Alonso-Sánchez T., M. P. Castro-García. Mathematical study to improve the sensitivity in the neutron activation analysis of fluorspar. *Journal of Mathematical Chemistry* **48** (2010)165–174.
- [170] Rey-Ronco M. A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M. P. A neutron activation technique based on deferred gamma rays applied to the quantification of fluorine in fluorspar mining samples. 5th Meeting of the Spanish Neutron Scattering Association. *Journal of Physics: Conference Series* **325** (2011) 012021.
- [171] Rey-Ronco M. A., Alonso-Sánchez T., Castro-García M. P. Neutron activation of deferred gamma rays: steps to determine the usefulness of this technique in analyzing elements of a mineral sample. 5th Meeting of the Spanish Neutron Scattering Association. *Journal of Physics: Conference Series* **325** (2011) 012025.
- [172] Rey-Ronco M. A.; Alonso-Sánchez T.; Castro-García M. P. Production of  $^{16}\text{N}$  and obtaining of its gamma spectrum in order to calibrate. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B* **268**, Issue 17-18, (2010) 2766-2772.
- [173] Rey-Ronco M.A, 2007. Desarrollo de un método rápido basado en técnicas de activación neutrónica para la determinación del contenido en flúor de muestras de mineral de fluorita. Universidad de Oviedo. Doctoral thesis. [http://www.tesisenred.net/TDR-0802107-133201/index\\_cs.html](http://www.tesisenred.net/TDR-0802107-133201/index_cs.html).
- [174] Rhodes J.R., Berry P.F., Sieberg. Nuclear techniques in on-stream analysis of ores and coal. D. Final Rept, 1968.
- [175] Rizk, R.A.M., Ashmawy L.S., Hussein A.Z. A continuous on-line monitoring system for ash content in mineral ores, based on neutron





activation analysis with low-level isotopic neutron sources. *Int. J. Radiat. Appl. Instrum., Part E* **3** (1989) 217-222.

- [176] Robinson L., Zhao L. Effects of sample and spectrum characteristics on cold and thermal neutron prompt gamma activation analysis in environmental studies of plants. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **282** (2009) 199-204.
- [177] Roelandts I., Robaye G., Aloupogiannis P., Weber G., Delbrouck-Habaru J.M. Determination of fluorine in eighty international geochemical reference samples by proton-induced gamma ray emission (PIGE). *Geostand. Newsl* **9** (1985) 191-197.
- [178] Roelandts I., Robaye G., Weber G., Delbrouck-Habaru J.M. The application of proton-induced gamma-ray emission (PIGE) analysis to the rapid determination of fluorine in geological materials. *Chem. Geol* **54** (1986) 35-42.
- [179] Ryde S.J., Morgan W.D., Sivyer A., Evans C.J., Dutton J. A clinical instrument for multielement in vivo analysis by prompt, delayed and cyclic neutron activation analysis using  $^{252}\text{Cf}$ . *Phys.Med.Biol* **32** (1987) 1251-1271.
- [180] Sayre E.V. Refinement in methods of neutron activation analysis of ancient glass objects through the use of lithium drifted germanium diode counters *Proc. VII Int. Congr. On Glass* (Brussels, June 1965).
- [181] Schelenz R. Dietary intake of 25 elements by man estimated by neutron activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **37** (1977) 539-548.
- [182] Shafaei M. A., Saion E., Wood K., Halimah M. K., Rezaee Kh., Mehdipure L. A. Evolution of  $^{40}\text{K}$  in fruit collected in Malaysia by the determination of total potassium using neutron activation analysis. *J Radioanal Nucl Chem* **284** (2010) 659–662.



- [183] Skidmore M.S., Ambrosi R.M., O'Brien R.C. Neutron sources for in-situ planetary science applications Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment **608** (2009) 403-409.
- [184] Sonzogni A., (2011). Nuclear structure & decay Data (NuDat). Available from: <http://www.nndc.bnl.gov/>
- [185] Spate V.L., Morris J.S., Baskett C.K., Mason M.M., Reams C.L., Hunter D., Willett W.C. Determination of Fluorine in Human Nails via Cyclic Instrumental Neutron Activation Analysis. J. Radioanal. Nucl. Chem **179** (1994) 27–33.
- [186] Spyrou N., Adessami Ch., Kidd M., Stephens-Newsham L.G., Ortaoval A.Z, Ozek F. Usefulness of thermal and epidermal cyclic activation analysis with a reactor system. J. Radioanal. Chem **72** (1982) 155.
- [187] Spyrou N.M. Cyclic activation analysis-A review. Journal of radioanalytical and Nuclear Chemistry **61** (1981) 211-242.
- [188] Spyrou N.M., Ingle K., Ozek F. Cyclic Activation in Trace Element Analysis of Environmental Samples. Proceedings of 2nd International Conference on Nuclear Methods in Environmental Research, Columbia, Missouri (1974) 106–120.
- [189] Spyrou N.M., Kerr S.A. Cyclic activation: The measurement of short lived isotopes in the analysis of biological and environmental samples. J. Radioanal. Chem **48** (1979) 169-183.
- [190] Staton H. C. In vivo neutron activation analysis: state of the art and future prospects. Med. Phys **8** (1981) 145
- [191] Tani A., Matsuda Y., Yuasa Y., Kawai N. Repeat Pulse Activation Analysis for Measurement of Short Half Life Radionuclides. Radiochem. Radioanal. Lett **1** (1969) 155–161.
- [192] Tartaglione A., (2009). Desarrollo de técnicas de detección de sustancias



por irradiación pulsada de neutrones. Tesis doctoral.

- [193] Tout R.E., Chatt A.. The effect of sample matrix on selection of optimum timing parameters in cyclic neutron activation analysis. *Analytica Chimica Acta* **133** (1981) 409-419
- [194] Ure A.M, Bacon J.R. Comprehensive analysis of soils and rocks by spark source mass spectrometry. *Analyst (London)* **103** (1978) 807-822.
- [195] Vandecasteele C., Kieffer R., Hostle J. Activation analysis with cyclotron-produced fast neutron- Application to instrumental multi-element analysis and to the radiochemical determination of fluorine. *J. Radioanal. Chem* **37** (1977) 255-265.
- [196] Versieck J., Hoste J., Barbier F., Steyaert H., De Rudder J., Michels H. Determination of chromium and cobalt in human serum by neutron activation analysis. *Clinical Chemistry* **24** (1978) 303-308.
- [197] Watt J.S. On line analysis in the metalliferous mineral and coal industries. *Proc.Australas. Inst. Mi. Metall* **290** (1985) 57.
- [198] Weber G., Guillaume M. Fast and precise determination of fluorine in geological samples by 14 MeV neutron activation analysis. *J. Radioanal. Chem* **5** (1970) 379-386.
- [199] Wormald M.R., Clayton C.G. In-situ analysis of coal by measurement of neutron-induced prompt  $\gamma$ -rays. *The International Journal of Applied Radiation and Isotopes* **34** 1 (1983) 71-82.
- [200] Wyttenbach A. Coincidence Losses in Activation Analysis, *J. Radioanal. Chem* **8** (1971) 335-343.
- [201] Zagrebaev V.I., 2011. Nrv server.
- [202] Zhang W., Chatt A. Determination of selenium in foods by pseudo-cyclic neutron activation and anti-coincidence gamma-ray spectrometry. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **282** (2009) 139-143.



- [203] Zhao L. (2007) Application of cold neutron prompt-gamma activation analysis in environmental studies of aquatic plants. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **271** (2007).
- [204] Zhao L., Robinson L., Paul R. L., Greenberg R. R., Miao S. L. Determination of carbon, nitrogen and phosphorus in cattail using cold neutron prompt-gamma activation analysis. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* **263** (2005) 805-810.
- [205] Zoller W.H., Gordon G. E. Instrumental neutron activation analysis of atmospheric pollutants utilizing Ge(Li) .gamma.-ray detectors. *Anal. Chem* 42 (1970) 257–265.



### **Páginas Web consultadas**

<http://personales.uniovi.es/web/qthermie>

[www.thermo.com/minerals](http://www.thermo.com/minerals)

[www.scantech.com.au](http://www.scantech.com.au)

[www.sabiainc.com](http://www.sabiainc.com)

<http://www.detectors.saint-gobain.com/MaterialsGasTubes.aspx>

<http://www.nndc.bnl.gov/>

<http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/>

<http://www.nndc.bnl.gov/exfor/exfor00.htm>

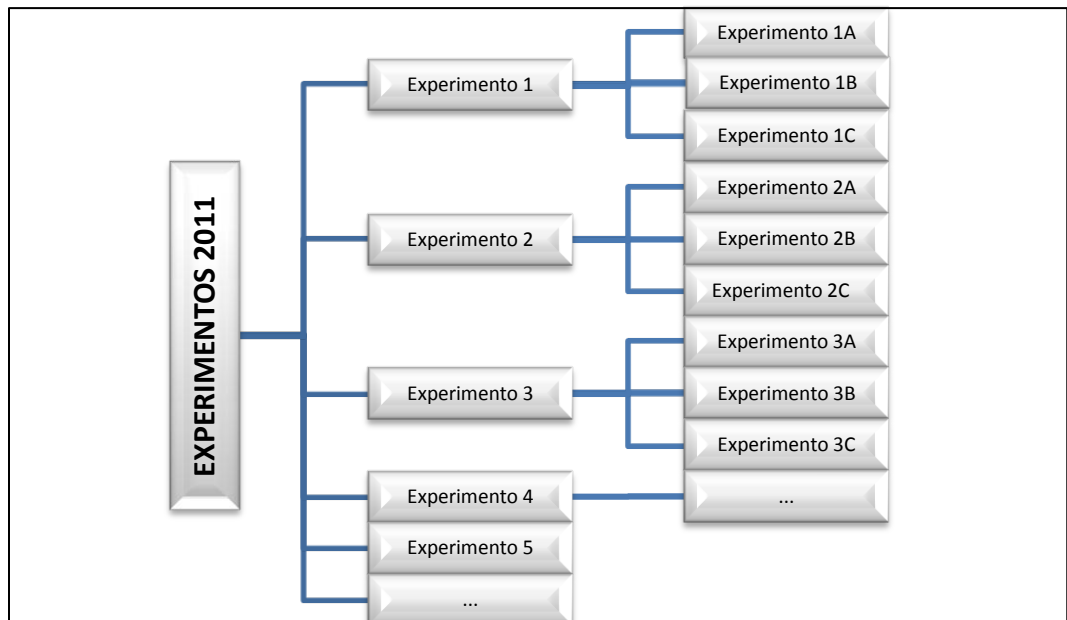
<http://nrv.jinr.ru/nrv/webnrv/map/>



## I ANEXOS

### I.1 Archivos incluidos en el CD

Se ha incluido en este apartado los archivos .IEC de cada experimento, que se puede leer con Excel. El procedimiento para guardar cada uno de los experimentos sigue el orden detallado en la siguiente figura:



Cada una de las muestras se ha guardado con el nombre dado según la Tabla 11.

### I.2 Programación del Compax 3

```
// Compax3.cpp: define el punto de entrada de la aplicación.  
//
```

```
#include "stdafx.h"  
#include "Compax3.h"  
#include <stdio.h>
```



```
#include <math.h>
#include <Windowsx.h>
#include <commctrl.h> //Para la barra de progreso

#define MAX_LOADSTRING 100
#define MAX_SIZE_STRING 20//Máximo tamaño de los datos a enviar
#define ACCELERATION_MAX 488
#define VELOCITY_MAX 4.7
//#define ACCELERATION_MAX 250
//#define VELOCITY_MAX 2.3

// Variables globales:
HINSTANCE hInst; //
Instancia actual
TCHAR szTitle[MAX_LOADSTRING]; //
Texto de la barra de título
TCHAR szWindowClass[MAX_LOADSTRING]; // nombre de
clase de la ventana principal
BOOL gsCritica;
// Seccion critica del puerto COM1
BOOL symmetrical; //
Seleccion de comunicacion Simétrica/Antisimétrica
INT caseError;
HANDLE hHilo;
//Hilo encargado de ejecutar la conexion RS232
HWND hwndPB; // Handle of progress bar
int tipoMCA;
HWND hwndGamma; //Handle del programa Gamma

//Estructura donde se van a guardar los datos del motor
struct _Bloque
{
    int position, positionSecond, positionEnd, aceleration,
    deceleration, velocity,
    jerk, delayTime0, delayTime1, delayTime2, nCicles,
    motionTime, startTime, endTime;
```



```
        //HWND hDialog;
};

typedef struct _Bloque Bloque;
typedef Bloque* PBloque;

Bloque Info;
PBloque PInfo;

// Declaraciones de funciones adelantadas incluidas en este módulo
de código:
ATOM                MyRegisterClass(HINSTANCE hInstance);
BOOL                InitInstance(HINSTANCE, int);
LRESULT CALLBACK   WndProc(HWND, UINT, WPARAM, LPARAM);
LRESULT CALLBACK   DlgProc(HWND hWnd, UINT Msg, WPARAM wParam,
LPARAM lParam);
INT_PTR CALLBACK   Communication(HWND, UINT, WPARAM, LPARAM);
INT_PTR CALLBACK   CommAsymmetrical(HWND, UINT, WPARAM, LPARAM);
INT_PTR CALLBACK   About(HWND, UINT, WPARAM, LPARAM);
VOID                SendInfo(LPVOID);
BOOL                WriteInPort(char *, DWORD);
BOOL                CatchInformationSymmetrical(HWND);
BOOL                CatchInformationAsymmetrical(HWND);
BOOL                ConfigPosition(int, int, PBloque);
BOOL                Calculates(double);
VOID                TratarError(HWND);

int APIENTRY _tWinMain(HINSTANCE hInstance,
                      HINSTANCE hPrevInstance,
                      LPTSTR lpCmdLine,
                      int nCmdShow)
{
    UNREFERENCED_PARAMETER(hPrevInstance);
    UNREFERENCED_PARAMETER(lpCmdLine);

    // TODO: colocar código aquí.
```





```
MSG msg;
HACCEL hAccelTable;

// Inicializar cadenas globales
LoadString(hInstance, IDS_APP_TITLE, szTitle,
MAX_LOADSTRING);
LoadString(hInstance, IDC_COMPAX3, szWindowClass,
MAX_LOADSTRING);
MyRegisterClass(hInstance);
gsCritica = TRUE;

// Realizar la inicialización de la aplicación:
if (!InitInstance (hInstance, nCmdShow))
{
    return FALSE;
}

hAccelTable = LoadAccelerators(hInstance,
MAKEINTRESOURCE(IDC_COMPAX3));

// Bucle principal de mensajes:
while (GetMessage(&msg, NULL, 0, 0))
{
    if (!TranslateAccelerator(msg.hwnd, hAccelTable,
&msg))
    {
        TranslateMessage(&msg);
        DispatchMessage(&msg);
    }
}

return (int) msg.wParam;
}

//
```



```
// FUNCIÓN: MyRegisterClass()
//
// PROPÓSITO: registrar la clase de ventana.
//
// COMENTARIOS:
//
// Esta función y su uso son sólo necesarios si desea que el
código
// sea compatible con sistemas Win32 anteriores a la función
// 'RegisterClassEx' que se agregó a Windows 95. Es importante
llamar a esta función
// para que la aplicación obtenga iconos pequeños bien formados
// asociados a ella.
//
ATOM MyRegisterClass(HINSTANCE hInstance)
{
    WNDCLASSEX wcex;

    wcex.cbSize = sizeof(WNDCLASSEX);

    wcex.style          = CS_HREDRAW | CS_VREDRAW;
    wcex.lpfnWndProc    = WndProc;
    wcex.cbClsExtra     = 0;
    wcex.cbWndExtra     = 0;
    wcex.hInstance      = hInstance;
    wcex.hIcon          = LoadIcon(hInstance,
MAKEINTRESOURCE(IDI_COMPAX3));
    wcex.hCursor        = LoadCursor(NULL, IDC_ARROW);
    wcex.hbrBackground  = (HBRUSH) (COLOR_WINDOW+1);
    wcex.lpszMenuName   = MAKEINTRESOURCE(IDC_COMPAX3);
    wcex.lpszClassName  = szWindowClass;
```



```
wcex.hIconSm = LoadIcon(wcex.hInstance,  
MAKEINTRESOURCE(IDI_SMALL));  
  
return RegisterClassEx(&wcex);  
}  
  
//  
// FUNCIÓN: InitInstance(HINSTANCE, int)  
//  
// PROPÓSITO: guardar el identificador de instancia y crear la  
// ventana principal  
//  
// COMENTARIOS:  
//  
// En esta función, se guarda el identificador de instancia  
// en una variable común y  
// se crea y muestra la ventana principal del programa.  
//  
BOOL InitInstance(HINSTANCE hInstance, int nCmdShow)  
{  
  
    HWND hWnd;  
  
    hInst = hInstance; // Almacenar identificador de instancia en  
    una variable global  
  
    hWnd = CreateWindow(szWindowClass, szTitle,  
WS_OVERLAPPEDWINDOW,  
        CW_USEDEFAULT, 0, CW_USEDEFAULT, 0, NULL, NULL, hInstance,  
NULL);  
  
    if (!hWnd)  
    {  
        return FALSE;  
    }  
  
    ShowWindow(hWnd, nCmdShow);
```



```
UpdateWindow(hWnd);

return TRUE;
}

//
// FUNCIÓN: WndProc(HWND, UINT, WPARAM, LPARAM)
//
// PROPÓSITO: procesar mensajes de la ventana principal.
//
// WM_COMMAND      : procesar el menú de aplicación
// WM_PAINT        : pintar la ventana principal
// WM_DESTROY      : enviar un mensaje de finalización y volver
//
//
LRESULT CALLBACK WndProc(HWND hWnd, UINT message, WPARAM wParam,
LPARAM lParam)
{
    int wmId, wmEvent;
    PAINTSTRUCT ps;
    HDC hdc;

    switch (message)
    {
    case WM_COMMAND:
        wmId    = LOWORD(wParam);
        wmEvent = HIWORD(wParam);
        // Analizar las selecciones de menú:
        switch (wmId)
        {
        case ID_COMUNICACION_SIM32772:
            symmetrical = TRUE;
            DialogBox(hInst, MAKEINTRESOURCE(IDD_DIALOG1),
hWnd, Communication);
            break;
        case ID_COMUNICACION_ASIM32773:
            symmetrical = FALSE;
```



```
        DialogBox(hInst, MAKEINTRESOURCE(IDD_DIALOG2),
hWnd, CommAsymmetrical);
        break;
    case IDM_ABOUT:
        DialogBox(hInst, MAKEINTRESOURCE(IDD_ABOUTBOX),
hWnd, About);
        break;
    case IDM_EXIT:
        DestroyWindow(hWnd);
        break;
    default:
        return DefWindowProc(hWnd, message, wParam,
lParam);
    }
    break;
case WM_PAINT:
    hdc = BeginPaint(hWnd, &ps);
    // TODO: agregar código de dibujo aquí...
    EndPaint(hWnd, &ps);
    break;
case WM_DESTROY:
    PostQuitMessage(0);
    break;
default:
    return DefWindowProc(hWnd, message, wParam, lParam);
}
return 0;
}

//Controlador de mensajes en el cuadro de comunicación
INT_PTR CALLBACK Communication(HWND hDlg, UINT message, WPARAM
wParam, LPARAM lParam)
{
    int wmIdenti, wmEvento; //Para la gestión
    //Opciones de seguridad del hilo
    //LPSECURITY_ATTRIBUTES lpSecurityThread;
    //lpSecurityThread->bInheritHandle =TRUE;
```



```
    BOOL followProcess;//Indica la detencion del proceso por
parte del usuario
    HWND hwndCombo;
    //HWND hwndRadio;
    PInfo = &Info;
    char* datos[12]={"300","325","350","375","400",
"425","450","475","500", "1000", "1500", "2000"};//Valores de los
tiempos de desplazamiento
    //char* datos[10]={"350","375","400",
"425","450","475","500", "1000", "1500", "2000"};//Valores de los
tiempos de desplazamiento

    /* Intentar poner que este marcado uno por defecto
    hwndRadio = GetDlgItem(hDlg, IDC_RADIO1);
    hwndRadio*/

    switch (message)
    {
        case WM_INITDIALOG:
            hwndCombo = GetDlgItem(hDlg, IDC_COMBO2);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[0]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[1]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[2]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[3]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[4]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[5]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[6]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[7]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[8]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[9]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[10]);
            ComboBox_AddString(hwndCombo,datos[11]);

            break;

        case WM_COMMAND:
            wmIdenti = LOWORD (wParam);
```



```
        wmEvento = HIWORD (wParam);
        switch (wmIdenti)
        {
            case ID_CONVERTIR:
                if (gsCritica == TRUE)
                {
                    gsCritica = FALSE;

                    if(!CatchInformationSymetrical (hDlg))
                    {
                        TratarError (hDlg);
                        break;
                    }

                    SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT5, Info.velocity, TRUE);

                    SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT6, Info.aceleration, TRUE);

                    //SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT7, (int) ((Info.velocity) / (VELOCITI
                    TY_MAX*3.5)), TRUE); //Con el filtro

                    SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT7, (int) ((Info.velocity) / (VELOCITY
                    _MAX*10)), TRUE); //Sin Filtro

                    SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT8, Info.nCicles, TRUE);

                    SetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT9, Info.delayTime1, TRUE);

                    //DialogBox (hInst,
                    MAKEINTRESOURCE (IDD_FIGURA), hWnd, CommAsymmetrical);

                    if (MessageBox (NULL, "Se van a
                    cargar los siguientes datos, ¿Desea continuar?",
                    "Pregunta",
                    MB_YESNO | MB_ICONQUESTION) == IDNO)
```



```
        {
            gsCritica = TRUE;
            break;
        }

        /*hHilo =
CreateThread(
            NULL,
            //Permite terminar el hilo
            0,
            //Tamaño de pila por defecto
            (LPTHREAD_START_ROUTINE) SendInfo, //Función
ejecutada por el hilo
            (void*) hDlg,
            //Parametro que se pasa a la función
            0,
            //El hilo se ejecuta tras crearse
            NULL);
            //Puntero a la variable que recibe la ID del hilo*/

            //Se crea la barra de progreso
            followProcess=DialogBox(hInst,
MAKEINTRESOURCE(IDD_CONTROLS_DLG),
            hDlg,
            reinterpret_cast<DLGPROC>(DlgProc));

            if(followProcess == FALSE &&
gsCritica==FALSE)
        {
            TerminateThread(hHilo,
0);

            char* stop= "O
1100,3=$4003\r";

            WriteInPort(stop,
(DWORD) strlen(stop));

            Sleep(1);
```





```
1100,3=0\r";

WriteInPort (cadena3,
(DWORD) strlen (cadena3));

gsCritica = TRUE;
SendMessage (hwndGamma,
WM_COMMAND, (WPARAM) 2100, (LPARAM) 0); //Stop Gamma Acquisition
}

}
else
    MessageBox (hDlg, "Existe una
configuración ejecutándose",
                "CUIDADO", MB_OK |
MB_ICONWARNING);

break;
case ID_HELP:
    MessageBox (hDlg, "Introducir los
datos correspondientes a los posicionamientos de "
                "fuente y de detector, así como los
tiempos de proceso y de desplazamiento. "
                "Pulsar el botón convertir para
determinar los diferentes parámetros que se "
                "cargarán en el equipo. Si los datos
son correctos, pulse SI en el siguiente "
                "diálogo. A continuación se creará
una barra que indica el progreso del movimiento. "
                "En caso de surgir algún problema
con el equipo en movimiento "
                "se debe pulsar el botón CANCELAR de
dicha barra.",
                "AYUDA", MB_OK |
MB_ICONINFORMATION);

break;
/*case ID_ABORT:
    TerminateThread (hHilo, 0);
```



```
        break;*/
    case ID_EXIT:
        EndDialog(hDlg, LOWORD(wParam));
        gsCritica = TRUE;
        return (INT_PTR)TRUE;
        break;
    case IDCANCEL:
        EndDialog(hDlg, LOWORD(wParam));
        gsCritica = TRUE;
        return (INT_PTR)TRUE;
        break;
    }
}
//EndDialog(hDlg, LOWORD(wParam));
return (INT_PTR)FALSE;
}
//Funcion que trata errores
VOID TratarError(HWND hDlg)
{
    switch(caseError)
    {
    case 1:
        MessageBox(hDlg, "Introducir datos correctamente",
"ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    case 2:
        MessageBox(hDlg, "El número de ciclos calculado es
mayor de 14, pruebe a disminuir el tiempo de proceso",
"ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    case 3:
        MessageBox(hDlg, "Los tiempos de fuente/detector son
incorrectos, pruebe a disminuir el tiempo "
```



```
        "de desplazamiento o bien a aumentar el tiempo
de proceso", "ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    case 4:
        MessageBox(hDlg, "La velocidad calculada está fuera
del rango de operación, "
        "pruebe a disminuir el tiempo de
desplazamiento", "ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    case 5:
        MessageBox(hDlg, "La velocidad calculada está fuera
del rango de operación, "
        "pruebe a aumentar el tiempo de desplazamiento",
"ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    case 6:
        MessageBox(hDlg, "Debe abrir el programa Gamma
Adquisition y seleccionar la fuente correspondiente (UNISPEC u
OSPREY)", "ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    default:
        MessageBox(hDlg, "Error desconocido, por favor, inténtelo de
nuevo",
        "ERROR", MB_OK | MB_ICONERROR);
        gsCritica = TRUE;
        break;
    }
}

//Controlador de mensajes en el cuadro de comunicación
```



```
INT_PTR CALLBACK CommAsymmetrical(HWND hDlg, UINT message, WPARAM
wParam, LPARAM lParam)
{
    int wmIdenti, wmEvento; //Para la gestión
    //HANDLE hHilo;
    PInfo = &Info;

    if (message == WM_COMMAND)
    {
        wmIdenti = LOWORD (wParam);
        wmEvento = HIWORD (wParam);
        switch (wmIdenti)
        {
            case IDOK:
                if (gsCritica == TRUE)
                {
                    gsCritica = FALSE;

                    if(!CatchInformationAsymetrical(hDlg))
                    {
                        TratarError(hDlg);
                        break;
                    }

                    hHilo = CreateThread(
                        NULL, //Usar
atributos por defecto
                        0,
                        //Tamaño de pila por defecto
                        (LPTHREAD_START_ROUTINE)
SendInfo, //Función ejecutada por el hilo
                        (void*) hDlg, //Parametro
que se pasa a la función
                        0, //El
hilo se ejecuta tras crearse
```



```
NULL);  
  
//Puntero a la variable que recibe la ID del hilo  
}  
else  
    MessageBox(hDlg, "Existe una  
configuración ejecutándose",  
                "CUIDADO", MB_OK |  
MB_ICONWARNING);  
  
    break;  
case IDCANCEL:  
    EndDialog(hDlg, LOWORD(wParam));  
    return (INT_PTR)TRUE;  
    break;  
}  
}  
return (INT_PTR)FALSE;  
  
}  
  
// Controlador de mensajes del cuadro Acerca de.  
INT_PTR CALLBACK About(HWND hDlg, UINT message, WPARAM wParam,  
LPARAM lParam)  
{  
    UNREFERENCED_PARAMETER(lParam);  
    switch (message)  
    {  
case WM_INITDIALOG:  
        return (INT_PTR)TRUE;  
  
case WM_COMMAND:  
        if (LOWORD(wParam) == IDOK || LOWORD(wParam) ==  
IDCANCEL)  
        {  
            EndDialog(hDlg, LOWORD(wParam));  
            return (INT_PTR)TRUE;  
        }  
        break;  
    }  
}
```



```
    }
    return (INT_PTR) FALSE;
}

//Funcion encargada de capturar los datos De la configuracion
simétrica
BOOL CatchInformationSymetrical(HWND hDlg)
{
    BOOL translated;

    int space, procesTime, j;
    int
td_300[14]={0, 38230, 66620, 94110, 121510, 148960, 176210, 203750, 258100
, 285330,
    312230, 339720, 339720, 367060};
    int
td_325[14]={0, 38401, 66782, 94513, 122112, 149712, 177015, 204413, 231774
, 259146,
    286495, 313733, 341213, 368663};
    int
td_350[14]={0, 38601, 67182, 94913, 122612, 150221, 177715, 205213, 232747
, 260246,
    287695, 315120, 342413, 370011};
    int
td_375[14]={0, 38751, 67382, 95313, 123111, 150821, 178415, 206063, 233647
, 261246,
    288795, 316452, 343913, 371511};
    int
td_400[14]={0, 38915, 67582, 95713, 123611, 151421, 179115, 206863, 234547
, 262246,
    289952, 317652, 345373, 373021};
    int
td_425[14]={0, 39115, 67882, 96113, 124111, 152021, 179815, 207663, 235447
, 263346,
    291112, 318852, 346773, 373521};
```



```
int
td_450[14]={0, 39215, 68232, 96513, 124611, 152621, 180612, 208463, 236447
, 264346,
          292412, 320152, 348073, 374000};
int
td_475[14]={0, 39355, 68432, 96813, 125011, 153320, 181312, 209363, 237347
, 265346,
          293412, 321652, 349573, 377421};
int
td_500[14]={0, 39550, 68660, 97210, 125220, 153820, 182200, 210230, 238340
, 266240,
          29530, 322650, 350730, 378920};
int
td_1000[14]={0, 42680, 73910, 104520, 135460, 165200, 195330, 225560, 2561
30,
          286250, 316510, 346640, 376550};
int
td_1500[14]={0, 45580, 78220, 111490, 143850, 176210, 208440, 240680, 2729
10,
          305110, 336410, 369490, 401600};
int
td_2000[14]={0, 48410, 83230, 118120, 152510, 185520, 220540, 254940, 2889
30,
          322440, 357450, 391390, 425420};

if (IsDlgButtonChecked(hDlg, IDC_RADIO1) == BST_CHECKED)
    { //Comprueba si esta abierto el programa GAMMA Acquisition
    seleccionada la fuente correspondiente
        hwndGamma = FindWindow((LPCTSTR) NULL, "Gamma -
UNISPEC"); //UNISPEC
        if (!hwndGamma)
            hwndGamma = FindWindow((LPCTSTR) NULL, "Gamma -
UNISPEC*");
    }
else if (IsDlgButtonChecked(hDlg, IDC_RADIO2) ==
BST_CHECKED)
```



```
        { //Comprueba si esta abierto el programa GAMMA Acquisition
seleccionada la fuente correspondiente
            hwndGamma = FindWindow((LPCTSTR) NULL, "Gamma -
OSPNEY"); //OSPNEY
            if(!hwndGamma)
                hwndGamma = FindWindow((LPCTSTR) NULL, "Gamma -
OSPNEY*");
        }
        else
        {
            caseError = 6;
            return FALSE;
        }

        if(!hwndGamma)
        {
            caseError = 6;
            return FALSE;
        }

        Info.position = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT1, &translated,
TRUE);
        if(translated == FALSE)
        {
            caseError=1;
            return FALSE;
        }

        Info.positionSecond = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT2,
&translated, TRUE);
        if(translated == FALSE)
        {
            caseError=1;
            return FALSE;
        }
    }
```





```
        Info.positionEnd = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT3,
&translated, TRUE);
        if(translated == FALSE)
        {
            caseError=1;
            return FALSE;
        }

        procesTime = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT4, &translated,
TRUE);
        if((translated == FALSE) || (procesTime == 0))
        {
            caseError=1;
            return FALSE;
        }

        Info.motionTime = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_COMBO2,
&translated, TRUE);
        if((translated == FALSE) || (Info.motionTime == 0))
        {
            caseError=1;
            return FALSE;
        }

        for(j=0;j<14;j++)
        {
            if((Info.motionTime==300)&&(procesTime > td_300[j])
&&(procesTime <= td_300[j+1]))
                break;
            if((Info.motionTime==325)&&(procesTime > td_325[j])
&&(procesTime <= td_325[j+1]))
                break;
            if((Info.motionTime==350)&&(procesTime > td_350[j])
&&(procesTime <= td_350[j+1]))
```



```
        break;
        if((Info.motionTime==375)&&(processTime > td_375[j])
&&(processTime <= td_375[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==400)&&(processTime > td_400[j])
&&(processTime <= td_400[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==425)&&(processTime > td_425[j])
&&(processTime <= td_425[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==450)&&(processTime > td_450[j])
&&(processTime <= td_450[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==475)&&(processTime > td_475[j])
&&(processTime <= td_475[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==500)&&(processTime > td_500[j])
&&(processTime <= td_500[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==1000)&&(processTime > td_1000[j])
&&(processTime <= td_1000[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==1500)&&(processTime > td_1500[j])
&&(processTime <= td_1500[j+1]))
            break;
        if((Info.motionTime==2000)&&(processTime > td_2000[j])
&&(processTime <= td_2000[j+1]))
            break;
        if(j==13)
        {
            caseError=2;
            return FALSE;
        }
    }
```



```
Info.nCicles = j+1;

Info.delayTime0 = 0;

double tiempoCiclo = (double)procesTime/(2*Info.nCicles);

Info.delayTime1= (int)tiempoCiclo - Info.motionTime;

if(Info.delayTime1<0)
{
    caseError=3;
    return FALSE;
}

Info.delayTime2 = Info.delayTime1;

if((Info.position>0 && Info.positionSecond>0) ||
(Info.position<0 && Info.positionSecond<0))
    space=abs(abs(Info.position) -
abs(Info.positionSecond));
else
    space= abs(Info.position-Info.positionSecond);

if(!Calculates((double)space))
{
    return FALSE;
}

/*Calculo de los tiempos de inicio y de los tiempos
finales*/
double k1,k2;
```



```
        if((Info.position>0 && Info.positionEnd>0) ||
(Info.position<0 && Info.positionEnd<0))
            space=abs(abs(Info.position)-abs(Info.positionEnd));
        else
            space= abs(Info.position-Info.positionEnd);

        k1=(VELOCITY_MAX*1000)/(ACCELERATION_MAX);
        k2=(space*1000)/(Info.velocity);

        Info.startTime= ceil (k1+k2);

        if((Info.positionSecond>0 && Info.positionEnd>0) ||
(Info.positionSecond<0 && Info.positionEnd<0))
            space=abs(abs(Info.positionSecond)-
abs(Info.positionEnd));
        else
            space= abs(Info.positionSecond-Info.positionEnd);

        k1=(VELOCITY_MAX*1000)/(ACCELERATION_MAX);
        k2=(space*1000)/(Info.velocity);

        Info.endTime= ceil (k1+k2);
        if (Info.endTime < 300)
            Info.endTime = 1000; //Si el tiempo final es menor de
300 ms se da mayor margen; 1seg
            //Info.startTime = ceil
((VELOCITY_MAX/(ACCELERATION_MAX))*1000+ space/(Info.velocity));

        return TRUE;
    }

BOOL CatchInformationAsymmetrical(HWND hDlg)
{
    BOOL translated;

```



```
int space;//valores de la ecuacion de 2ºgrado

Info.position = GetDlgItemInt (hDlg, IDC_EDIT1, &translated,
TRUE);
if(translated == FALSE)
return FALSE;

Info.positionSecond = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT2,
&translated, TRUE);
if(translated == FALSE)
return FALSE;

Info.velocity = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT3, &translated,
TRUE);
if((translated == FALSE) || (Info.velocity == 0))
return FALSE;

Info.aceleration = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT4,
&translated, TRUE);
if((translated == FALSE)|| (Info.aceleration == 0))
return FALSE;

Info.deceleration = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT5,
&translated, TRUE);
if((translated == FALSE)|| (Info.deceleration == 0))
return FALSE;

Info.delayTime0 = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT6,
&translated, TRUE);
if(translated == FALSE)
return FALSE;

Info.delayTime1 = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT7,
&translated, TRUE);
if(translated == FALSE)
return FALSE;
```



```
        Info.delayTime2 = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT8,  
&translated, TRUE);  
        if(translated == FALSE)  
            return FALSE;  
  
        Info.nCicles = GetDlgItemInt(hDlg, IDC_EDIT9, &translated,  
TRUE);  
        if(translated == FALSE)  
            return FALSE;  
  
        space=abs(abs(Info.position)-abs(Info.positionSecond));  
  
        //Info.motionTime=CalculateTime((float)space,  
(float)Info.velocity, (float)Info.aceleration, (float)  
Info.deceleration);  
  
        return TRUE;  
  
    }  
  
    //Función que calcula y carga la velocidad y la  
    aceleracion/deceleracion  
    BOOL Calculates(double eT)  
    {  
        double velocidad, aceleracion, k;  
  
        double td=(double) Info.motionTime;  
  
        /*td = td/1000;  
  
        k = (td*td)/4;  
        aceleracion = eT/k;  
        velocidad = aceleracion*(td/2);*/  
  
        td = td/1000;
```



```
k=VELOCITY_MAX/(ACCELERATION_MAX);

velocidad = eT/(td-k);
aceleracion = velocidad/k;

    if(aceleracion<=0 || velocidad<=0 || aceleracion >=
(ACCELERATION_MAX*1000) || velocidad >=(VELOCITY_MAX*1000))
    {
        caseError=5;//error debido a que velocidad o la
aceleracion es negativa.Se debe dar mas tiempo de desplazamiento
        return FALSE;
    }

    /*if (aceleracion >=((450)*ACCELERATION_MAX) || velocidad
>=((450)*VELOCITY_MAX))
    {
        caseError =5; //error debido a valores demasiado
grandes.
        return FALSE;
    }*/
    /*FILTRO Antiguo
if (aceleracion >=((350)*ACCELERATION_MAX))
    {
        caseError =5; //error debido a valores demasiado
grandes.
        return FALSE;
    }

if (aceleracion < 100000)
    Info.jerk = 100000;
else if(aceleracion >200000)
    {
        caseError =5; //error debido a valores demasiado
grandes.
        return FALSE;
```



```
    }
    else
        Info.jerk = 1000000;
        */
//Filtro nuevo
if (aceleracion < 150000)
    Info.jerk = 100000;
else
{
    Info.jerk = 500000;
} //Fin de filtro nuevo

Info.aceleration = (int) ceil(aceleracion);
Info.deceleration = (int) ceil(aceleracion);

Info.velocity = (int) ceil(velocidad);

return TRUE;
}

//Funcion encargada de transmitir los comandos, si se ha producido
algún error se sale del hilo
void SendInfo (LPVOID parametro)
{

    SendMessage(hwndPB, PBM_STEPIT, 0, 0);

//CONFIGURACION POSICION 1. Fuente
if(!ConfigPosition(1,PInfo->position, PInfo))
{
    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    gsCritica = TRUE;
    ExitThread(1);
}
}
```





```
//CONFIGURACION POSICION 2. Detector
if(!ConfigPosition(2,PInfo->positionSecond, PInfo))
{
    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    gsCritica = TRUE;
    ExitThread(1);
}

//CONFIGURACION POSICION 3. Posición Final
if(!ConfigPosition(3,PInfo->positionEnd, PInfo))
{
    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    gsCritica = TRUE;
    ExitThread(1);
}

//Energizar el motor
char* cadena= "O 1100,3=1\r";
if (!WriteInPort(cadena, (DWORD)strlen(cadena)))
{
    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    gsCritica = TRUE;
    ExitThread(1);
}

char* stop= "O 1100,3=$4003\r";
char* startFirstPosition= "O 1100,3=$6103\r";
char* startSecondPosition= "O 1100,3=$6203\r";
char* startEndPosition= "O 1100,3=$6303\r";
int i,nCiclos, dT0,dT1, dT2;

dT0= PInfo->delayTime0;
dT1= PInfo->delayTime1;
dT2= PInfo->delayTime2;
nCiclos = PInfo->nCicles;
```



```
SendMessage (hwndGamma, WM_COMMAND, (WPARAM) 3050, (LPARAM) 0);  
//Clear Spectrum->Gamma Acquisition  
SendMessage (hwndPB, PBM_STEPIT, 0, 0);  
  
//Sleep(1);  
//WriteInPort(hComm, stop, (DWORD)strlen(stop));  
//Sleep(5);  
if(!WriteInPort(startEndPosition,  
(DWORD)strlen(startEndPosition))  
{  
    EndDialog((HWND)parametro, 1);  
    gsCritica = TRUE;  
    ExitThread(1);  
    return;  
}  
  
Sleep(PInfo->startTime);  
  
for (i=1;i<=nCiclos;i++)  
{  
  
    if(!WriteInPort(stop, (DWORD)strlen(stop))  
    {  
        EndDialog((HWND)parametro, 1);  
        gsCritica = TRUE;  
        ExitThread(1);  
        return;  
    }  
  
    Sleep(5);
```



```
        if(!WriteInPort(startFirstPosition,  
(DWORD) strlen(startFirstPosition))  
        {  
            EndDialog((HWND) parametro, 1);  
            gsCritica = TRUE;  
            ExitThread(1);  
            return;  
        }  
  
        SendMessage(hwndPB, PBM_STEPIT, 0, 0);  
  
        if(i==1)  
            Sleep(PInfo->startTime);  
        else  
            Sleep(PInfo->motionTime);  
  
        if(i==1 && !(symmetrical))  
            Sleep(dT0);  
        else  
            Sleep(dT1);  
  
        if(!WriteInPort(stop, (DWORD) strlen(stop))  
        {  
            EndDialog((HWND) parametro, 1);  
            gsCritica = TRUE;  
            ExitThread(1);  
            return;  
        }  
  
        Sleep(5);  
  
        if(!WriteInPort(startSecondPosition,  
(DWORD) strlen(startSecondPosition))  
        {  
            EndDialog((HWND) parametro, 1);
```



```
        gsCritica = TRUE;
        ExitThread(1);
        return;
    }

    Sleep(PInfo->motionTime);

    SendMessage(hwndGamma, WM_COMMAND, (WPARAM)2050,
(LPARAM)0); //Start Gamma Acquisition
    SendMessage(hwndPB, PBM_STEPIT, 0, 0);
    Sleep(dT2);
    SendMessage(hwndGamma, WM_COMMAND, (WPARAM)2100,
(LPARAM)0); //Stop Gamma Acquisition

}

/*WriteInPort(hComm, stop, (DWORD)strlen(stop));
Sleep(1);
WriteInPort(hComm, startFirstPosition,
(DWORD)strlen(startFirstPosition));

Sleep(PInfo->motionTime);*/

if(!WriteInPort(stop, (DWORD)strlen(stop))
{
    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    gsCritica = TRUE;
    ExitThread(1);
    return;
}

Sleep(5);
```



```
        if(!WriteInPort(startEndPosition,
(DWORD)strlen(startEndPosition))
    {
        EndDialog((HWND)parametro, 1);
        gsCritica = TRUE;
        ExitThread(1);
        return;
    }

    Sleep(PInfo->endTime); //Tarda muy poco tiempo

    SendMessage(hwndPB, PBM_STEPIT, 0, 0);

    //Sleep(5000); //Ponerlo bien, añadir un tiempo extra si es
excesivamnete pequeño

    //WriteInPort(stop, (DWORD)strlen(stop));
    //Sleep(5);
    //Apaga el motor
    char* cadena3= "O 1100,3=0\r";
    if(!WriteInPort(cadena3, (DWORD)strlen(cadena3))
    {
        EndDialog((HWND)parametro, 1);
        gsCritica = TRUE;
        ExitThread(1);
        return;
    }

    EndDialog((HWND)parametro, 1);
    MessageBox(NULL, "Se ha terminado la ejecución del
programa",
                                "Fin de Ejecución",
MB_OK | MB_ICONINFORMATION);

    //delete this; Hay que borrar
```



```
        gsCritica = TRUE;
        ExitThread(0);
    }

    //Función que configura la posición
    BOOL ConfigPosition(int n,int position, PBloque PB)
    {
        //Command for entry into the set table
        char setTable[MAX_SIZE_STRING];
        sprintf(setTable, "O 1904,%d=$32\r",n);
        if(!WriteInPort(setTable, (DWORD)strlen(setTable)))
            return FALSE;
        Sleep(100);

        //Velocidad
        char velocidad[MAX_SIZE_STRING];
        sprintf(velocidad, "O 1902,%d=%d\r", n, PB->velocity) ;
        //Sleep(1);
        if(!WriteInPort(velocidad, (DWORD)strlen(velocidad)))
            return FALSE;
        Sleep(100);

        //Posicion Absoluta
        char absPosition [MAX_SIZE_STRING];
        sprintf(absPosition,"O 1905,%d=1\r", n);
        //Sleep(1);
        if(!WriteInPort(absPosition, (DWORD)strlen(absPosition)))
            return FALSE;
        Sleep(100);

        //Aceleración
        char aceleracion[MAX_SIZE_STRING];
        sprintf(aceleracion, "O 1906,%d=%d\r", n, PB->acceleration) ;
        //Sleep(1);
        if(!WriteInPort(aceleracion, (DWORD)strlen(aceleracion)))
            return FALSE;
        Sleep(100);
    }
}
```



```
//Deceleración
char deceleracion [MAX_SIZE_STRING];
sprintf(deceleracion, "O 1907,%d=%d\r",n, PB->deceleration)
;

//Sleep(1);
if(!WriteInPort(deceleracion, (DWORD)strlen(deceleracion))
    return FALSE;
Sleep(100);

//Jerk
char jerk [MAX_SIZE_STRING];
sprintf(jerk, "O 1908,%d=%d\r",n, PB->jerk) ;
//Sleep(1);
if(!WriteInPort(jerk, (DWORD)strlen(jerk))
    return FALSE;
Sleep(100);

//Posicion
char posicion[MAX_SIZE_STRING];
sprintf(posicion, "O 1901,%d=%d\r", n, position) ;
//Sleep(1);
if(!WriteInPort(posicion, (DWORD)strlen(posicion))
    return FALSE;

Sleep(100);
return TRUE;
}

//Función encargada de escribir en el puerto COM1, retorna TRUE en
caso de que
//no se produzca ningún error y FALSE en caso contrario

BOOL WriteInPort(char * lpBuf, DWORD dwToWrite)
{
    HANDLE hComm;
    DWORD dwWritten;
```



```
char* gszPort = "COM1";
//PBloque PB;
//PB= (PBloque) parametro;

hComm = CreateFile( gszPort,

                    GENERIC_READ | GENERIC_WRITE,

                    0,

                    0,

                    OPEN_EXISTING,

                    FILE_ATTRIBUTE_NORMAL,

                    0);

if (hComm == INVALID_HANDLE_VALUE)
{
    // error opening port; abort

    CloseHandle(hComm);
    MessageBox(NULL, "Existe una configuración
ejecutándose",

                "CUIDADO", MB_OK |
MB_ICONWARNING);
    return FALSE;
}

DCB dcb;

if (!GetCommState(hComm, &dcb))
{
    CloseHandle(hComm);
    MessageBox(NULL, "Existe una configuración
ejecutándose",

                "CUIDADO", MB_OK |
MB_ICONWARNING);
    return FALSE;
}
```





```
dcb.BaudRate = CBR_115200; //115200 Baud
dcb.ByteSize = 8; //8 data bits
dcb.Parity = NOPARITY; //no parity
dcb.StopBits = ONESTOPBIT; //1 stop
//dcb.fDtrControl=DTR_CONTROL_DISABLE; //Deshabilita el control
por hardware
//dcb.fRtsControl=RTS_CONTROL_DISABLE; //Sin control de flujo

if (!SetCommState(hComm, &dcb))
{
    CloseHandle(hComm);
    MessageBox(NULL, "Se ha producido un error en la
ejecución del programa",
               "Fin de Ejecución",
MB_OK | MB_ICONINFORMATION);
    return FALSE;
}

// Issue write.
if (!WriteFile(hComm, lpBuf, dwToWrite, &dwWritten, NULL))
{
    CloseHandle(hComm);
    MessageBox(NULL, "Se ha producido un error inesperado
en el transcurso del programa",
               "Fin de Ejecución",
MB_OK | MB_ICONINFORMATION);
    return FALSE;
}

if(dwWritten != dwToWrite)
{
    CloseHandle(hComm);
```



```
        MessageBox(NULL, "Se ha producido un error inesperado
en la ejecución del programa",
                    "Fin de Ejecución",
MB_OK | MB_ICONINFORMATION);
        return FALSE;
    }

    CloseHandle(hComm);
    //delete hComm;
    return TRUE;
}

//-----
//Barra de progreso. Indica el estado del proceso
//-----

LRESULT CALLBACK DlgProc(HWND hWndDlg, UINT Msg,
                        WPARAM wParam, LPARAM lParam)
{
    INITCOMMONCONTROLSEX InitCtrlEx;

    InitCtrlEx.dwSize = sizeof(INITCOMMONCONTROLSEX);
    InitCtrlEx.dwICC = ICC_PROGRESS_CLASS;
    InitCommonControlsEx(&InitCtrlEx);

    switch(Msg)
    {
    case WM_INITDIALOG:
        hWndPB=CreateWindowEx(0, PROGRESS_CLASS, NULL,
                               WS_CHILD | WS_VISIBLE| PBS_SMOOTH,
                               20, 20, 260, 30,
                               hWndDlg, NULL, hInst, NULL);
        SendMessage(hWndPB, PBM_SETRANGE, 0, MAKELPARAM(0,
10*(3*Info.nCicles+2)));
    }
```



```
        hHilo = CreateThread(  
            NULL, //Permite terminar el hilo  
            0, //Tamaño de pila por  
defecto  
            (LPTHREAD_START_ROUTINE) SendInfo,  
            //Función ejecutada por el hilo  
            (void*) hWndDlg, //Parametro que se pasa a la  
función  
            0, //El hilo se ejecuta  
tras crearse  
            NULL); //Puntero a la variable  
que recibe la ID del hilo        return TRUE;  
  
    case WM_COMMAND:  
        switch(wParam)  
        {  
            /*case IDOK:  
                EndDialog(hWndDlg, 0);  
                return TRUE;*/  
            case IDCANCEL:  
                EndDialog(hWndDlg, 0);  
                return TRUE;  
        }  
        break;  
    }  
  
    /*  
    if(gsCritica)  
    {  
        EndDialog(hWndDlg, 1);  
        MessageBox(NULL, "Se ha terminado la ejecución del  
programa",  
                    "Fin de Ejecución",  
                    MB_OK | MB_ICONINFORMATION);  
    }  
    */
```



```
        return TRUE;
    }*/

    return FALSE;
}

//-----
-----
```

### I.3 Algoritmo matemático usando en la deducción del modelo asimétrico

```
%50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50 50
50 50 50
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=50;
    for n=1:1:nm;
        A50(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for t1=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(t1+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(t1+ta)))/(-1+exp(-ld*(t1+ta))))) /ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-t1*ld))/(-1+exp(-ld*(t1+ta)));
                            if A>A50(n);
                                T50(n)=T;
                                A50(n)=A;
                                t150(n)=t1;
```





```

end
end
end
end
% 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150 150
150 150 150
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=150;
    for n=1:1:nm;
        A150(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                            if A>A150(n);
                                T150(n)=T;
                                A150(n)=A;
                                tl150(n)=tl;
                                ta150(n)=ta;
                                tx150(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))))/ld;
                                    end
                                end
                            end
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end
end
```



```
%200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200 200
200 200
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=200;
    for n=1:1:nm;
        A200(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                            if A>A200(n);
                                T200(n)=T;
                                A200(n)=A;
                                tl200(n)=tl;
                                ta200(n)=ta;
                                tx200(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta))))) /ld;
                                    end
                                end
                            end
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end
end
% 250 250 250 250 250 250 250 250 250 250 250 250 250 250
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
```



```
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=250;
    for n=1:1:nm;
        A250(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                            if A>A250(n);
                                T250(n)=T;
                                A250(n)=A;
                                tl250(n)=tl;
                                ta250(n)=ta;
                                tx250(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))/ld;
                                    end
                                end
                            end
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end

% 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300 300
300 300
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=300;
    for n=1:1:nm;
```





```
A300(n)=0;
    for ta=1:stp:Tr/n+stp;
        for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
            T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
                if abs(T-Tr)<dT;
                    A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                        if A>A300(n);
                            T300(n)=T;
                            A300(n)=A;
                            tl300(n)=tl;
                            ta300(n)=ta;
                            tx300(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))))/ld;
                                end
                            end
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end

% 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350 350
350 350 350
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=350;
    for n=1:1:nm;
        A350(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
```





```
A400(n)=A;
t1400(n)=t1;
ta400(n)=ta;
tx400(n)=-

(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(t1+ta)))/(-1+exp(-
ld*(t1+ta)))/ld;

end

end

end

end

%450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450 450
450 450 450 450 450 450 450
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=450;
    for n=1:1:nm;
        A450(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for t1=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(t1+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(t1+ta)))/(-1+exp(-ld*(t1+ta)))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-t1*ld))/(-1+exp(-ld*(t1+ta)));
                            if A>A450(n);
                                T450(n)=T;
                                A450(n)=A;
                                t1450(n)=t1;
                                ta450(n)=ta;
```



```
tx450(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))/ld;
end
end
end
end
end
% 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500 500
500 500 500
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=500;
    for n=1:1:nm;
        A500(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                        if A>A500(n);
                            T500(n)=T;
                            A500(n)=A;
                            tl500(n)=tl;
                            ta500(n)=ta;
                            tx500(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))/ld;
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end
end
```



```

end
end
end
%550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550 550
550 550 550 550 550
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=550;
    for n=1:1:nm;
        A550(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                        if A>A550(n);
                            T550(n)=T;
                            A550(n)=A;
                            tl550(n)=tl;
                            ta550(n)=ta;
                            tx550(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))))/ld;
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end
end
%600 600 600 600 600 600 600 600 600 600 600 600 600 600 600
600 600 600 600 600 600 600
```



```
ld=log(2)/7.13;
dT=0.1;
stp=.01;
nm=20;
for n=1:nm;
    N(n)=n;
end
Tr=600;
    for n=1:1:nm;
        A600(n)=0;
            for ta=1:stp:Tr/n+stp;
                for tl=1:stp:Tr/n-ta+stp;
                    T= n*(tl+ta)-(ld*ta+log((-exp(-
ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)))))/ld;
                    if abs(T-Tr)<dT;
                        A=-n*(-1+exp(-ld*ta))*(-
1+exp(-tl*ld))/(-1+exp(-ld*(tl+ta)));
                            if A>A600(n);
                                T600(n)=T;
                                A600(n)=A;
                                tl600(n)=tl;
                                ta600(n)=ta;
                                tx600(n)=-
(ld*ta+log((-exp(-ld*ta)+exp(-ld*(tl+ta)))/(-1+exp(-
ld*(tl+ta)))))/ld;
                                    end
                                end
                            end
                        end
                    end
                end
            end
        end
    end
end
```