

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA**

**FACULTAD DE CIENCIAS**

**ESCUELA PROFESIONAL DE FISICA**



**OBTENCION DE PATRONES DE LAUE USANDO TECNICAS  
DE RADIOGRAFIA NEUTRONICA**

INFORME DE SUFICIENCIA PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL  
DE LICENCIADO EN FISICA

Presentado por:

**MIGUEL ANGEL TICLLACURI CARBAJAL**

LIMA – PERU

**2009**

## **AGRADECIMIENTO**

- A mis padres, mi tío Augusto y mi abuela Cristina que con su valioso apoyo permitieron que culmine mis estudios universitarios
- A la Universidad Nacional de Ingeniería y sus docentes por brindarme una adecuada formación académica
- Al Instituto Peruano de Energía Nuclear por brindarme la oportunidad de perfeccionar mis conocimientos en energía nuclear, protección radiológica e integrar su staff de profesionales
- Al Dr. Heriberto Sánchez quien pacientemente revisó el presente informe y me brindó asesoría y consejos en la forma de redacción
- A mi familia por el apoyo brindado

## **DEDICATORIA**

*A mis padres Luisa y Leoncio,  
mi esposa e hija Elizabeth y Marie,  
mi tío Augusto  
y a mi abuela Cristina*

# INDICE

RESUMEN	1
INTRODUCCION	2
CAPITULO 1. FUNDAMENTOS TEORICOS	
1.1 El Neutrón: Espectro Neutrónico, Longitud de Onda Asociada y la Determinación del Flujo en un Reactor Nuclear	
1.1.1 Espectro Neutrónico proveniente de un Reactor	3
1.1.2 Longitud de Onda Asociada al Neutrón en el Rango de Energías Térmicas	4
1.1.3 Determinación del Flujo Neutrónico: Formulismo	7
1.2 Conceptos Básicos de la Radiografía con Neutrones	16
CAPITULO 2. PARTE EXPERIMENTAL	
2.1 Descripción del Conducto de Irradiación	
2.1.1 El Conducto Radial N° 1	20
2.2 Diseños Previos: El Colimador Interno y el Sistema Blindante	
2.2.1 Diseño del Colimador Interno	23
2.2.2 Diseño del Sistema Blindante	23
2.3 Conocimiento del Flujo Neutrónico del Conducto de Irradiación	
2.3.1 Eficiencia del Sistema de Medición	27
2.4 Obtención de los Patrones de Laue	30
CAPITULO 3. RESULTADOS	
3.1 Discusiones y Comentarios	34
3.2 Conclusiones	37

ANEXO: FOTOGRAFIAS

39

REFERENCIAS

43

# **OBTENCION DE PATRONES DE LAUE USANDO TECNICAS DE RADIOGRAFIA NEUTRONICA**

## **RESUMEN**

El tema desarrollado en el presente trabajo es el resultado de una serie de experiencias realizadas en la Sala Experimental del Reactor Nuclear RP-10 dentro del programa de implementación de facilidades de irradiación para investigación en el campo de la física de las radiaciones.

Para determinar si el Conducto Radial N° 1, uno de los 4 existentes en la Sala Experimental del Reactor Nuclear RP-10, podría ser utilizado en futuros trabajos de investigación relacionados con la difracción de neutrones, se efectuaron las siguientes experiencias:

- a. medición del flujo neutrónico
- b. diseño y configuración del blindaje externo así como del colimador interno
- c. irradiación de cristales de NaCl

Al final, se obtuvieron patrones de Laue de un cristal de NaCl usando los métodos directo e indirecto de radiografía neutrónica.

## INTRODUCCION

Los conceptos básicos relacionados en la radiografía con rayos X y la radiografía con neutrones son muy similares. La diferencia fundamental entre estos dos tipos de radiografías radica en la forma que tienen los neutrones de interactuar con la materia.

En las aplicaciones médicas, las radiografías convencionales son obtenidas haciendo uso de un haz de rayos X proveniente de un tubo y un cassette o chasis que contiene en su interior una película radiográfica y una pantalla intensificadora.

En el denominado método directo de la radiografía con neutrones ocurre algo parecido; se requiere un haz de neutrones que puede provenir de una fuente isotópica o un reactor nuclear y un chasis que contiene en su interior una película radiográfica y una pantalla que recibe el nombre de convertidor. Sin embargo, obtener un haz neutrónico puro es imposible pues éste siempre viene acompañado de radiación gamma que también sensibiliza la película radiográfica, y por tanto, afecta notoriamente la calidad de la imagen obtenida. Para evitar el efecto de la radiación gamma sobre la película radiográfica se aprovecha el proceso de activación que producen los neutrones en distintos materiales, quedando almacenada de este modo la "imagen radiactiva" del objeto a estudiar en el material activado, y luego, al ponerlo en contacto con la película radiográfica durante un tiempo adecuado, es posible transferir dicha imagen radiactiva en la película radiográfica.

Los patrones de Laue que se presentarán al final del trabajo serán obtenidos usando ambos métodos de radiografía con neutrones y podrán observarse las diferencias que existen entre ellos.

# CAPITULO 1

## FUNDAMENTOS TEORICOS

### 1.1 El Neutrón: Espectro Neutrónico, Longitud de Onda Asociada y la Determinación del Flujo en un Reactor Nuclear

#### 1.1.1 Espectro Neutrónico proveniente de un Reactor

En el desarrollo del presente trabajo es de suma importancia entender las propiedades del neutrón, que es una partícula sin carga eléctrica, constituyente del núcleo atómico junto a los protones. Debido a su carencia de carga eléctrica, los neutrones no pueden ser acelerados por campos eléctricos ni magnéticos ni ser afectados por las fuerzas coulombianas cuando se aproximan a los núcleos atómicos. Esto sin duda, repercute favorablemente en la activación de la materia trayendo consigo aplicaciones importantes como el análisis elemental de muestras, la radiografía neutrónica, entre otras.

Al utilizar los neutrones provenientes de un reactor nuclear, debe considerarse que el espectro correspondiente se obtiene como consecuencia de la difusión de los neutrones producidos en la fisión del  $^{235}\text{U}$ . De acuerdo a la energía de los neutrones, éstos se distribuyen en un espectro que consta de tres regiones energéticas [02, 03,13]:

- o *Neutrones Térmicos*, en el rango de energías menores a 0.5 eV. Estos neutrones han sufrido un número importante de colisiones con los átomos de un medio llamado moderador, que los han frenado de tal forma que han alcanzado el equilibrio térmico con éste. El espectro de energía de los neutrones térmicos es semejante al espectro de energía térmica de las moléculas del moderador y su distribución de velocidades sigue la distribución Maxwelliana. A una temperatura de 20 °C, la velocidad más probable de los neutrones en este rango energético es de 2200 m/s, que corresponde a una energía cinética de 0.025 eV.
- o *Neutrones Intermedios, de Resonancia o Epitérmicos*, en el rango de energías entre 0.5 eV y 10 keV. El espectro correspondiente a este rango



energético es característico y depende del proceso de moderación. En cada colisión con los átomos del moderador el neutrón pierde una parte de su energía. En este rango, el número de neutrones de una energía dada es de manera aproximada inversamente proporcional a su energía, lo que es conocido como la ley  $1/E$  o ley  $1/v$ , siendo  $v$  la velocidad de los neutrones, sinónimo de su energía cinética.

- o *Neutrones Rápidos*, en el rango de energías entre 10 keV y 15 MeV. Los neutrones rápidos de un reactor nuclear están formados por aquellos neutrones de fisión que no han sufrido suficientes colisiones con los átomos del moderador para reducir sus energías por debajo de 10 keV. La distribución de energías del espectro de neutrones rápidos varía enormemente con la posición relativa. Dentro del combustible y cerca del mismo, el espectro del flujo rápido es muy parecido al espectro de neutrones de fisión.

### 1.1.2 Longitud de Onda Asociada al Neutrón en el Rango de Energías Térmicas

Louis De Broglie, en 1924, al asignarle propiedades ondulatorias a la materia, sugirió la presencia de ciertas "ondas piloto" asociadas con la materia en movimiento. Para ello supuso razonablemente que tanto la longitud de onda como la frecuencia de estas "ondas piloto" podían evaluarse a partir de las mismas ecuaciones que describen a la radiación electromagnética. Así, la longitud de onda y la frecuencia de estas "ondas piloto" asociadas a una partícula con momentum  $p$  y energía total  $E$  vienen dadas por [01, 12]:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1)$$

$$\nu = \frac{E}{h} \quad (2)$$

donde  $h$  es la constante de Planck.

Estas expresiones pueden ser utilizadas para describir el movimiento de los neutrones o cualquier otra expresión material que se encuentre en movimiento.

Como se acaba de mencionar, los neutrones térmicos se encuentran aproximadamente en equilibrio térmico con el moderador del reactor y por tanto, éstos pueden describirse mediante la distribución de velocidades de Maxwell.

Es convencional considerar que un neutrón en equilibrio térmico con un medio moderador a temperatura  $T$  tenga una energía  $E_k$  dado por:

$$E_k = k_B T \quad (3)$$

de modo que la velocidad más probable del neutrón térmico puede expresarse de la siguiente forma:

$$v = \left( \frac{2 k_B T}{m} \right)^{1/2} \quad (4)$$

siendo  $m$  la masa del neutrón y  $k_B$  la constante de Boltzmann. Por tanto, la longitud de onda de De Broglie del neutrón en equilibrio térmico con el moderador a una temperatura  $T$  será:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 m E}} = \frac{h}{\sqrt{2 m k_B T}} \quad (5)$$

Como se mencionó, una forma de explorar la estructura de los cristales es estudiar los diagramas de difracción de ondas que interaccionan con los átomos y que tienen una longitud de onda comparable con los espaciados interatómicos en los cristales ( $10^{-10}$  m). Las radiaciones cuyas longitudes de onda son mayores no pueden resolver a escala atómica los detalles de la estructura y aquellas de longitudes de onda mucho menores se difractan con ángulos muy pequeños que coincidirían con el haz incidente y no se podrían detectar detalles de la estructura. El ángulo bajo el cual ocurre la difracción

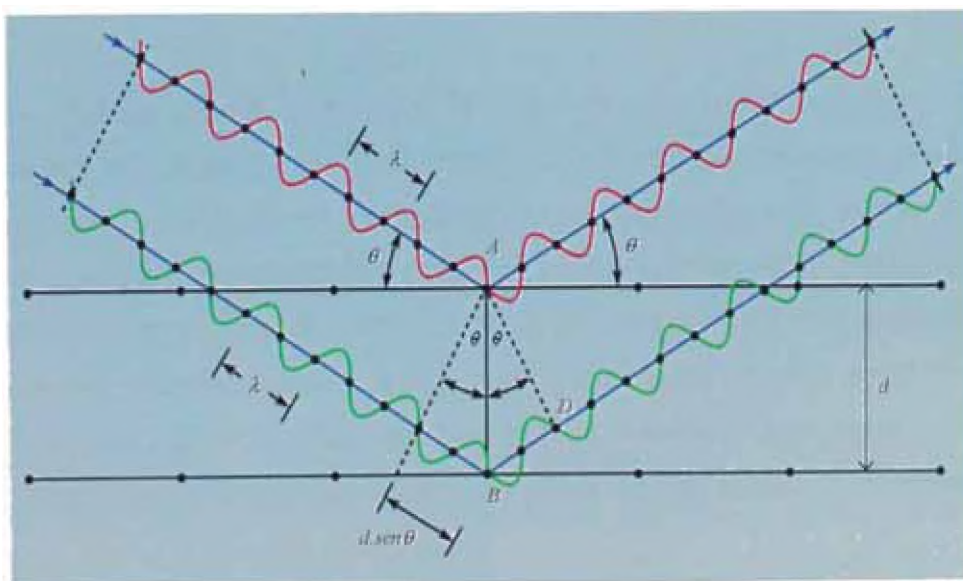
depende principalmente de la estructura del cristal y de la longitud de onda de la radiación (11).

W. L. Bragg dio una explicación muy sencilla de los ángulos observados en los haces difractados por un cristal. Cada uno refleja únicamente una pequeña fracción de la radiación, comportándose como un espejo ligeramente plateado.

Los haces difractados solamente aparecen cuando las reflexiones en los planos atómicos paralelos interfieren aditivamente como en la Figura N° 1. Si se considera que la difusión es elástica, entonces la longitud de onda de la radiación no cambiará en la reflexión. Por otro lado, considérese una serie de planos paralelos a la red separados por distancias iguales  $d$ . La diferencia de marcha entre los rayos reflejados por dos planos adyacentes es  $2d \text{sen} \theta$ , donde  $\theta$  se mide a partir del plano. La interferencia aditiva se encuentra cuando la diferencia de marcha de la radiación difundida por planos sucesivos es un número entero  $n$  de longitudes de onda  $\lambda$ . Así pues, la condición para que haya interferencia aditiva de la radiación incidente es:

$$2 d \text{sen} \theta = n \lambda \tag{6}$$

llamada relación de Bragg.



**Figura N° 1.** Reflexión de Bragg. Los haces difractados solamente aparecen cuando las reflexiones en los planos atómicos paralelos interfieren aditivamente.

La reflexión de Bragg solo ocurre para longitudes de onda que satisfacen la relación  $\lambda \leq 2d$ . Si se aplicase la relación de Bragg a las longitudes de onda correspondientes a la luz visible, que son de algunos cientos de nanómetros, esta condición no sería satisfecha pues las distancias interplanares resultan ser apenas de algunos nanómetros. Por ello, no es posible tener difracción con luz visible que incide en un cristal.

La orientación de planos en una red está determinada por los denominados índices de Miller, (h k l). Los distintos juegos de planos en una red tienen varios valores de distancias interplanares,  $d_{hkl}$ . Para un sistema cúbico cuya constante de red es  $a$ , esta distancia será [15]:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (7)$$

Así, de la expresión (6), se pueden obtener las direcciones de la difracción producidos por los planos (h k l) y en su primer orden:

$$\text{sen}\theta = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (8)$$

### 1.1.3 Determinación del Flujo Neutrónico: Formulismo

El uso de neutrones conduce a diversas aplicaciones, como el análisis elemental de muestras por activación neutrónica, que requiere precisión en el conocimiento del flujo neutrónico correspondiente. Por ello, existen formulismos como el usado por Wescott y otras como las Normas ASTM E 262-97 y E261-98 [16,17] que hacen ciertas correcciones para cumplir con esta exigencia.

Sin embargo hay experiencias como la desarrollada en esta ocasión donde no es necesario conocer con precisión el flujo neutrónico, pues bastaría incluso con conocer su orden de magnitud para poder saber si la experiencia es viable y poder augurarle cierto éxito.

El conocimiento del flujo neutrónico es toda una tarea tediosa, sin embargo, para los objetivos propuestos en el presente trabajo, nos bastaría usar un formulismo sencillo como el descrito por Travesí [03].

Este formulismo consiste en la activación de monitores de alta pureza mediante reacciones nucleares tipo  $(n, \gamma)$  que producen isótopos radiactivos del mismo elemento. Posteriormente, se mide la radiación gamma que emiten estos monitores usando una cadena de espectrometría gamma de alta resolución para luego determinar el flujo de interés. La exigencia de la pureza de los monitores obedece al hecho de evitar que cualquier impureza en éstos también se activen, emitan radiación gamma y alteren de esa manera la medición de la radiación gamma emitida por los monitores.

Sin embargo, estas reacciones  $(n, \gamma)$  son también producidos por los neutrones epitérmicos. En consecuencia, si un monitor se coloca en un flujo neutrónico compuesto de neutrones térmicos y neutrones epitérmicos se activará por ambos tipos de neutrones conduciendo al mismo producto radiactivo. La relación existente entre la activación por ambos tipos de neutrones es la llamada "Relación de Cadmio" que nos expresa cuantitativamente la acción de los neutrones epitérmicos.

Cuando el monitor se coloca dentro de una cubierta de cadmio adecuada, el monitor está blindado de los neutrones térmicos pero no de los neutrones epitérmicos. Ello es debido a que el cadmio tiene una muy alta sección eficaz de absorción de neutrones térmicos,  $\sigma_{th}$ , bastando solo una lámina de cadmio de 0.75 mm de espesor para absorber totalmente todos los neutrones con energías inferiores a 0.4 eV. Por el contrario, la sección eficaz de absorción del cadmio para neutrones epitérmicos es muy baja y prácticamente es transparente a los mismos y los transmite completamente al monitor encerrado en su interior.

Al irradiar un monitor blindado con cadmio, la actividad inducida corresponde a la intensidad del flujo de neutrones epitérmicos,  $I_{epi}$ . En cambio, si el monitor se irradia desnudo, sin blindar con cadmio, en las mismas condiciones, la actividad inducida en el mismo corresponde a la intensidad del flujo neutrónico debido a los neutrones térmicos y epitérmicos,  $I_{th} + I_{epi}$ . Por diferencia con la medida anterior puede calcularse el flujo de neutrones

térmicos siempre que se conozca el valor de la sección eficaz de activación del elemento para neutrones térmicos.

Entonces, la relación de cadmio se puede definir como:

$$R_{Cd} = \frac{I_{epi} + I_{th}}{I_{epi}} = 1 + \frac{I_{th}}{I_{epi}} \quad (9)$$

es decir, la relación de las intensidades del flujo térmico y epitérmico con la intensidad de flujo de neutrones epitérmicos.

No es difícil concluir de la expresión (9) que un bajo valor de  $R_{Cd}$  significa una alta presencia de neutrones epitérmicos en el flujo total, mientras que un valor muy elevado de  $R_{Cd}$  significa un flujo de neutrones térmicos prácticamente exento de neutrones epitérmicos.

En la práctica este método resulta un tanto difícil de ejecutar porque si bien los valores de  $\sigma_{th}$  se conocen con gran precisión para la mayoría de los elementos, no sucede así con los valores de la integral de resonancia que se conocen para escasos elementos y con poca precisión dado lo complejo de su medida experimental.

En la práctica se usan hojuelas de oro de alta pureza como monitores. Al irradiar una hojuela de oro cubierta con cadmio, la actividad inducida  $A_{epi}$ , es exclusivamente debida a la acción de los neutrones epitérmicos y vendrá dada por la expresión:

$$A_{epi} = N_{Au,Cd} \cdot \phi_{epi} \cdot I_0 \cdot (1 - e^{-\lambda t}) = N_{Au,Cd} \cdot \phi_{epi} \cdot I_0 \cdot F_i^{Cd} \quad (10)$$

siendo:

$A_{epi}$  la actividad absoluta al término de la irradiación en la hojuela de oro con cubierta de cadmio

$N_{Au,Cd}$  número de átomos estables en la hojuela de oro con cubierta de cadmio

$\phi_{epi}$  el flujo de neutrones epitérmicos

$F_i^{Cd}$  factor de saturación de la irradiación de la hojuela de oro con cubierta de cadmio

$I_0$  sección eficaz de activación del oro a la energía de los neutrones epitérmicos (o integral de resonancia)

De la expresión (10), midiendo experimentalmente  $A_{epi}$  de forma absoluta y conociendo el valor del resto de los términos de dicha expresión se puede calcular el valor del flujo de neutrones epitérmicos, dato que en la práctica no es excesivamente interesante y que está sujeto a una gran incertidumbre, dada la poca precisión con que se conocen los valores de las integrales de resonancia  $I_0$  para la mayoría de los monitores.

Por otro lado, cuando se irradia una hojuela de oro desnuda, es decir sin blindar con cubierta de cadmio, la actividad inducida en el mismo será la suma de las actividades producidas por los flujos de neutrones térmicos y epitérmico y puede escribirse como:

$$A = N_{Au} \cdot \phi_{th} \cdot \sigma_{th} \cdot F_i^{Au} + N_{Au} \cdot \phi_{epi} \cdot I_0 \cdot F_i^{Au} \quad (11)$$

siendo:

$A$  la actividad absoluta al término de la irradiación en la hojuela de oro desnuda

$N_{Au}$  número de átomos estables de la hojuela de oro desnuda

$\phi_{th}$  el flujo de neutrones térmicos

$F_i^{Au}$  factor de saturación de la irradiación de la hojuela de oro desnuda

De la expresión (10) podemos tener:

$$\frac{A_{epi}}{N_{Au,Cd} \cdot F_i^{Cd}} = I_0 \cdot \phi_{epi} \quad (12)$$

mientras que de la expresión (11) se puede escribir:

$$\frac{A}{N_{Au} \cdot F_i^{Au}} = \phi_{th} \cdot \sigma_{th} + \phi_{epi} \cdot I_0 \quad (13)$$

Al reemplazar la expresión (12) en la expresión (13) y despejando  $\phi_{th}$  se tendría:

$$\phi_{th} = \frac{I}{\sigma_{th}} \left[ \frac{A}{N_{Au} \cdot F_i^{Au}} - \frac{A_{epi}}{N_{Au,Cd} \cdot F_i^{Cd}} \right] \quad (14)$$

Esta última expresión permite calcular el flujo de neutrones térmicos en función de las actividades inducidas en las hojuelas irradiadas desnuda y cubierta con cadmio, de los pesos de las hojuelas (relacionados con  $N_{Au}$  y  $N_{Au,Cd}$ ), de los parámetros de la irradiación y del valor de la sección eficaz de activación de la hojuela para neutrones térmicos sin necesidad de conocer el valor de la integral de resonancia  $I_0$ .

Es posible escribir la expresión (14) en función de la relación de cadmio. Para ello, la expresión (9) puede reescribirse de la forma:

$$R_{Cd} = \frac{\phi_{epi} \cdot I_0 + \phi_{th} \cdot \sigma_{th}}{\phi_{epi} \cdot I_0} \quad (15)$$

Usando las expresiones (12) y (13) en (15) y luego en (14) se tendría:

$$R_{Cd} = \frac{N_{Au,Cd} \cdot F_i^{Cd} \cdot A}{N_{Au} \cdot F_i^{Au} \cdot A_{epi}} \quad (16)$$

$$\phi_{th} = \frac{A}{N_{Au} \cdot F_i^{Au} \cdot \sigma_{th}} \left[ 1 - \frac{I}{R_{Cd}} \right] \quad (17)$$

Las expresiones (14) o (17) pueden usarse indistintamente. En cualquier caso, la magnitud  $\phi_{th}$  es conocida como "flujo de neutrones térmicos convencional" y está basado en la velocidad estándar para neutrones térmicos de 2200 m/s.

Por otro lado, el número de átomos en una hojuela de masa  $m$  viene dado por la expresión:

$$N = \frac{m \cdot N_{Av} \cdot \theta}{P_{At}} \quad (18)$$

siendo:



$m$  la masa en gramos de la hojuela (desnuda o cubierta con cadmio)

$N_{Av}$  el número de Avogadro

$P_{At}$  el peso atómico del elemento que constituye la hojuela

$\theta$  es la abundancia isotópica del isótopo que constituye la hojuela

El conocimiento de  $\phi_{th}$  depende de las cantidades medibles  $A$  y  $R_{Ca}$  que dependerán de ciertos factores de corrección que se discuten a continuación.

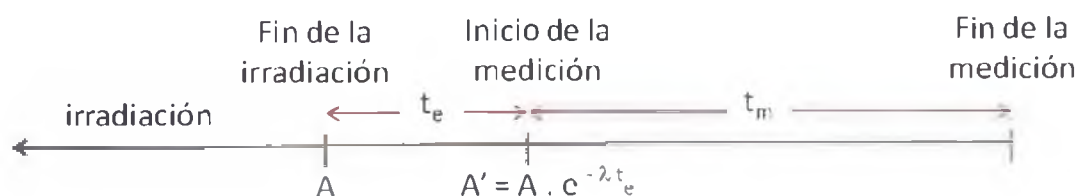
#### a. Correcciones en el proceso de medición

Una vez culminado el proceso de irradiación, las hojuelas irradiadas quedan activadas. El paso siguiente es medir la actividad adquirida haciendo uso de una cadena de espectrometría gamma previamente calibrado.

El proceso de medición contiene una serie de consideraciones que no puede dejarse de comentar, entre ellos, los siguientes:

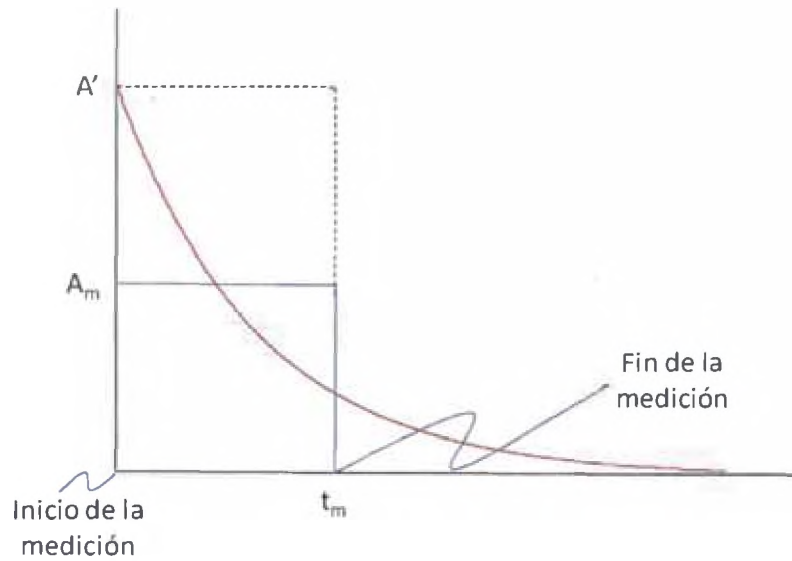
- o el decaimiento de cada hojuela desde el fin de la irradiación hasta el inicio de la medición; esto ocurre durante un "tiempo de espera",  $t_e$
- o el decaimiento de cada hojuela mientras dura la medición, es decir, durante el "tiempo de medición",  $t_m$

La Figura N° 2 muestra los distintos procesos de decaimiento a los que se encuentran las hojuelas una vez culminada la irradiación.



**Figura N° 2.** Procesos de decaimientos presentes en las hojuelas post-irradiación

Por otro lado, el decaimiento de cada hojuela mientras dura la medición puede tratarse de la siguiente manera. Consideremos la Figura N° 3 donde se aprecia dicho decaimiento.



**Figura N° 3.** Decaimiento de una hojuela mientras dura el tiempo de medición

La actividad media medida,  $A_m$ , puede ser determinada usando el teorema del valor medio según:

$$A_m \cdot t_m = \int_0^{t_m} A' e^{-\lambda t} dt = \frac{A'}{\lambda} [1 - e^{-\lambda t_m}] \quad (19)$$

de donde, la actividad de una hojuela al inicio de la medición,  $A'$ , será:

$$A' = \frac{A_m \cdot t_m}{(1 - e^{-\lambda t_m}) / \lambda} \quad (20)$$

teniendo en cuenta que la actividad de una hojuela al inicio de la medición está relacionado con la actividad de la hojuela al final de la irradiación,  $A$ , de acuerdo a la siguiente relación y en concordancia con la Figura N° 2:

$$A' = A e^{-\lambda t_i} \quad (21)$$

Al igualar las expresiones (20) y (21) se puede encontrar una expresión para  $A$ , que viene dado por:

$$A = \frac{A_m \cdot t_m}{e^{-\lambda t_c} \cdot (1 - e^{-\lambda t_m})} / \lambda \quad (22)$$

Debertin y Hermer, [14], definen "eficiencia" como la relación entre la respuesta de un instrumento y el valor de una cantidad física que es medida. En espectrometría gamma la cantidad física es la tasa de emisión de fotones con una energía específica, y la cantidad medida es la tasa de conteo total de un pico que representa la energía del fotón que se mide.

Hay también otros factores que afectan la eficiencia del sistema de medición, como la distancia hojuela – detector; éste es el denominado factor de geometría.

Para poder salir de esta situación es recomendable lo siguiente:

- o usar hojuelas de características muy similares en dimensiones y masas
- o medir la misma radiación gamma en ambas hojuelas
- o conservar la distancia hojuela – detector en la medición de la radiación gamma que estas emiten.

Por lo expuesto, la eficiencia del sistema de medición en el pico que corresponde a la energía  $E$  del fotón gamma viene dado por:

$$\varepsilon = \frac{n(E)}{R(E)} = \frac{A_{neta} / t_m}{A_m \cdot I} \quad (23)$$

siendo:

$A_{neta}$ , el área neta bajo el pico de energía  $E$

$I$ , es la fracción de decaimiento en el proceso de emisión del rayo gamma de energía  $E$

Si de la expresión (23) se despeja  $A_m$  y se reemplaza en la expresión (22), se tendría una expresión final para determinar la actividad de una hojuela al final de la irradiación. Esta expresión resulta ser:

$$A = \frac{A_{neta}}{\varepsilon \cdot I \cdot e^{-\lambda t_e} \cdot (1 - e^{-\lambda t_m}) / \lambda} \quad (24)$$

Si definimos los siguientes factores:

$$F_i = (1 - e^{-\lambda t_i}) \quad \text{factor de saturación durante la irradiación}$$

$$F_e = e^{-\lambda t_e} \quad \text{factor de corrección por decaimiento en tiempo de espera}$$

$$F_m = \frac{(1 - e^{-\lambda t_m})}{\lambda} \quad \text{factor de corrección por medición}$$

al utilizarlos en la expresión (24) y usar la expresión (17) se tiene una expresión final para el flujo neutrónico térmico que se reduciría a lo siguiente:

$$\phi_{th} = \frac{A_{neta}^{Au}}{N_{Au} \cdot \sigma_{th} \cdot \varepsilon \cdot I \cdot F_i^{Au} \cdot F_e^{Au} \cdot F_m^{Au}} \left[ 1 - \frac{1}{R_{Cd}} \right] \quad (25)$$

donde el superíndice con la denominación **Au** en los factores  $F_i$ ,  $F_e$  y  $F_m$  corresponden a la hojuela desnuda. Los factores  $F_i$ ,  $F_e$  y  $F_m$  para la hojuela cubierta con cadmio tendrá la denominación **Cd** en sus respectivos superíndices.

Si se usara la expresión (24) para determinar una expresión para  $A$  y  $A_{epi}$ , se tendría lo siguiente:

$$A = \frac{A_{neta}^{Au}}{\varepsilon \cdot I \cdot F_e^{Au} \cdot F_m^{Au}} \quad (26)$$

$$A_{epi} = \frac{A_{neta}^{Cd}}{\varepsilon \cdot I \cdot F_e^{Cd} \cdot F_m^{Cd}} \quad (27)$$

al reemplazar las expresiones (26) y (27) en (16) y considerando que  $F_i^{Au}$  y  $F_i^{Cd}$  son los mismos, tendremos la siguiente expresión final para la relación de cadmio:

$$R_{Cd} = \frac{N_{Au,Cd} \cdot F_i^{Cd} \cdot F_e^{Cd} \cdot F_m^{Cd} \cdot A_{neto}^{Au}}{N_{Au} \cdot F_i^{Au} \cdot F_e^{Au} \cdot F_m^{Au} \cdot A_{neto}^{Cd}} \quad (28)$$

que al reemplazarlo en la expresión (25) tendríamos la expresión para el flujo neutrónico térmico en función de cantidades que se conocen experimentalmente.

Finalmente, usando la expresión (15) puede despejarse  $\phi_{epi}$  y tener la siguiente expresión para el flujo neutrónico epitérmico:

$$\phi_{epi} = \frac{\phi_{th} \cdot \sigma_{th}}{I_0 \cdot (R_{Cd} - 1)} \quad (29)$$

## 1.2 Conceptos Básicos de la Radiografía con Neutrones

A diferencia de los rayos X, los neutrones siempre vienen acompañados de radiación gamma y además, tienen la particularidad de activar los objetos con que interactúa, propiedad no asociada a los rayos X.

Estos detalles marcan ciertas consideraciones al tratar de obtener radiografía con neutrones.

La radiografía con neutrones es posible gracias a dos métodos conocidos: *método directo* y *método indirecto, de transferencia o de activación*.

El *método directo* de la radiografía con neutrones es muy similar a la radiografía convencional con rayos X. En ambos casos se requiere del haz de radiación correspondiente, el objeto a inspeccionar y un chasis que contiene una película radiográfica y una sustancia que acelera la formación de la imagen. Estas sustancias tienen propiedades fosforescentes asociadas con la forma de interacción de la radiación que se utiliza con ellas.

En la radiografía con rayos X, estas sustancias reciben el nombre de *intensificadores de imagen* o *pantallas de refuerzo* y suelen ser de tungstato de calcio, sulfato de bario, fluorocloruro de bario, oxibromuro de lantano u oxisulfuros de elementos de tierras raras como el gadolinio, lantano o itrio [04, 05].

Por otro lado, en la radiografía con neutrones, estas sustancias suelen denominarse *pantallas intensificadoras* o *convertidores* y usualmente son láminas metálicas delgadas de gadolinio o algún compuesto de éste [06, 07, 08].

El método directo de la radiografía con neutrones tiene la ventaja de que el convertidor no queda activado y puede utilizarse nuevamente.

En el *método indirecto* de la radiografía con neutrones, se consideran dos etapas: la etapa de irradiación del objeto y la etapa de transferencia de la imagen en la película radiográfica.

En la primera etapa, el objeto es expuesto al haz neutrónico junto con un convertidor metálico que puede ser de disprosio o indio. Durante la irradiación, los neutrones van en dirección del objeto y aquellos que lo atraviesan incidirán en el convertidor; éste se activará de acuerdo a las reacciones que se producen en él y emitirá un tipo de radiación para luego decaer de acuerdo a su respectivo periodo de semidesintegración ( $T_{1/2}$ ).

En la segunda etapa, luego de la irradiación del objeto, el convertidor activado se pone en contacto con la película radiográfica dentro de un chasis y por un tiempo adecuado para transferir la "imagen radiactiva" en la película.

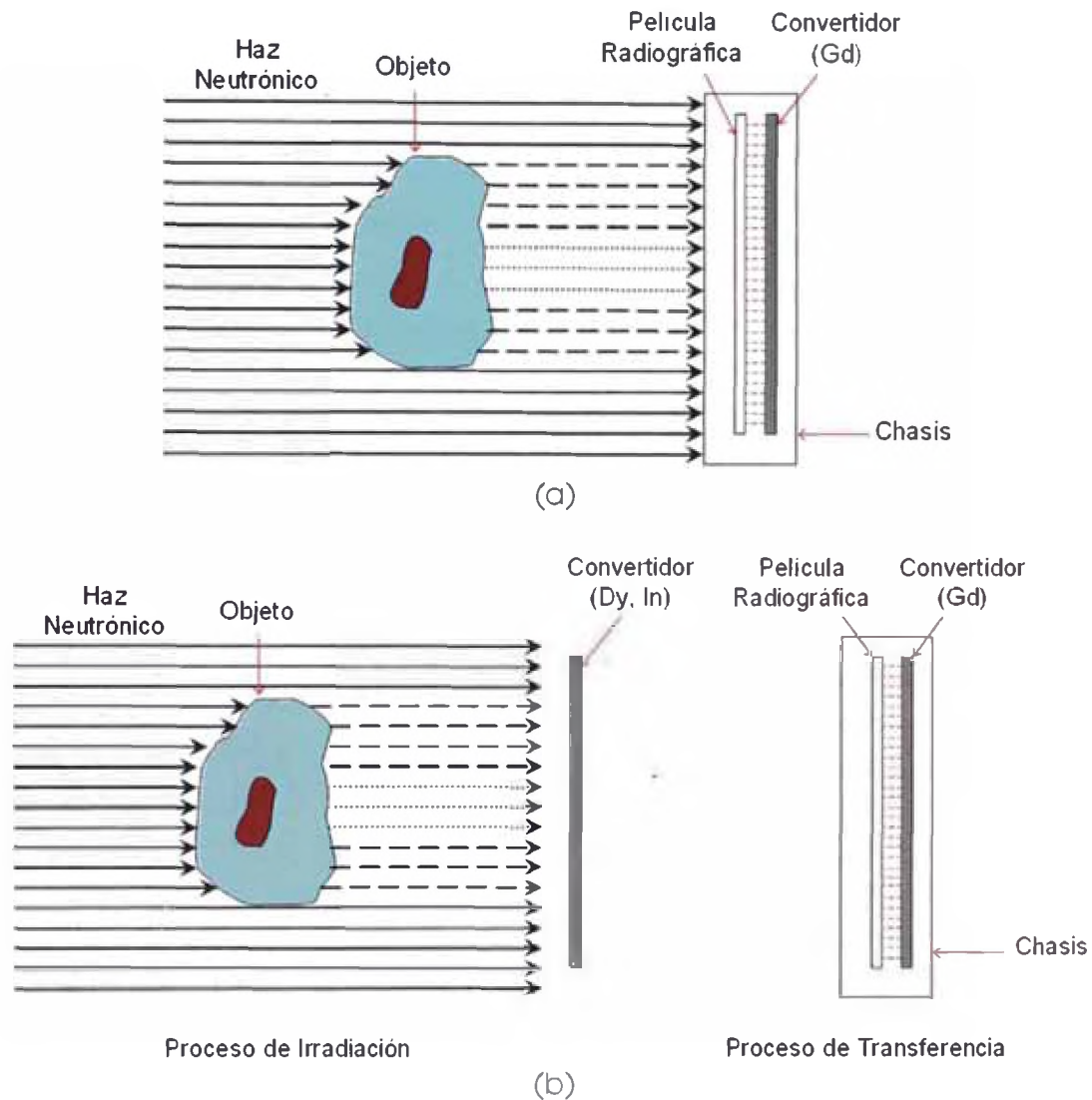
La Tabla N° 1 muestra algunas características de los convertidores típicos que se usan en la radiografía con neutrones [06, 09, 13].

Lo más notorio de las características entre los convertidores más usados en la radiografía con neutrones radica en el hecho de que los convertidores de gadolinio no se activan, solo emiten electrones mientras le lleguen neutrones a él. Esto sin duda alguna trae la ventaja de que estos convertidores puedan ser reutilizados cuantas veces se quiera y en los momentos que se desee.

**Tabla N° 1.** Características de los convertidores de gadolinio y disprosio que se usan con frecuencia en la radiografía con neutrones.

Método	Material, Abundancia Isotópica	Reacción	Sección Eficaz, b	$T_{1/2}$	Tipo de emisión	Energía Máxima, MeV
Directo	Gadolinio, 14.8%	$^{155}\text{Gd}(n,e)^{156}\text{Gd}$	60900	Estable	e	0.14
	Gadolinio, 15.7%	$^{157}\text{Gd}(n,e)^{158}\text{Gd}$	254000	Estable	e	0.13
Indirecto	Disprosio, 28.1%	$^{164}\text{Dy}(n,\gamma)^{165}\text{Dy}$	800	2.3 h	$\beta$	1.29
		$^{164}\text{Dy}(n,\gamma)^{165\text{m}}\text{Dy}$	2000	1.26 m	$\beta$	0.095 1.04 1.108

Por la forma como se describen los métodos de la radiografía con neutrones, no resulta difícil concluir que en el *método indirecto* se logra evitar la radiación gamma que acompaña al haz neutrónico. La Figura N° 4 ilustra ambos métodos de obtención de una radiografía con neutrones acorde a lo descrito.



**Figura N° 4.** Métodos de obtención de una radiografía con neutrones, (a) método directo (b) método indirecto.

Una diferencia notoria en la radiografía con rayos X y la radiografía con neutrones es el tipo de objeto a inspeccionar. Esto puede entenderse si se tiene en cuenta la forma como el objeto absorbe la radiación cuando incide en él. La Figura N° 5 muestra la forma como varía el coeficiente másico de atenuación de algunos elementos tanto para rayos X como para neutrones (10). Puede observarse fácilmente que los elementos menos densos resultan ser transparentes para los rayos X pero opacos a los neutrones. Por otro lado, los elementos más densos resultan ser opacos a los rayos X pero transparentes a los neutrones. De estas observaciones se entiende el porqué los rayos X son utilizados para observar elementos densos en el interior de elementos livianos, como los huesos en el cuerpo humano. Para el caso neutrónico ocurriría lo contrario, es decir, es posible



observar elementos livianos en el interior de materiales muy densos, como la pólvora en el interior de una bala.

Una elevada atenuación de neutrones significa alto contraste para pequeños espesores de material. Por otro lado, una baja atenuación de neutrones significa que grandes espesores pueden ser fácilmente penetrados. Cuando se usen neutrones de diferentes energías, la sección eficaz y, por tanto, los contrastes entre los elementos serán diferentes.

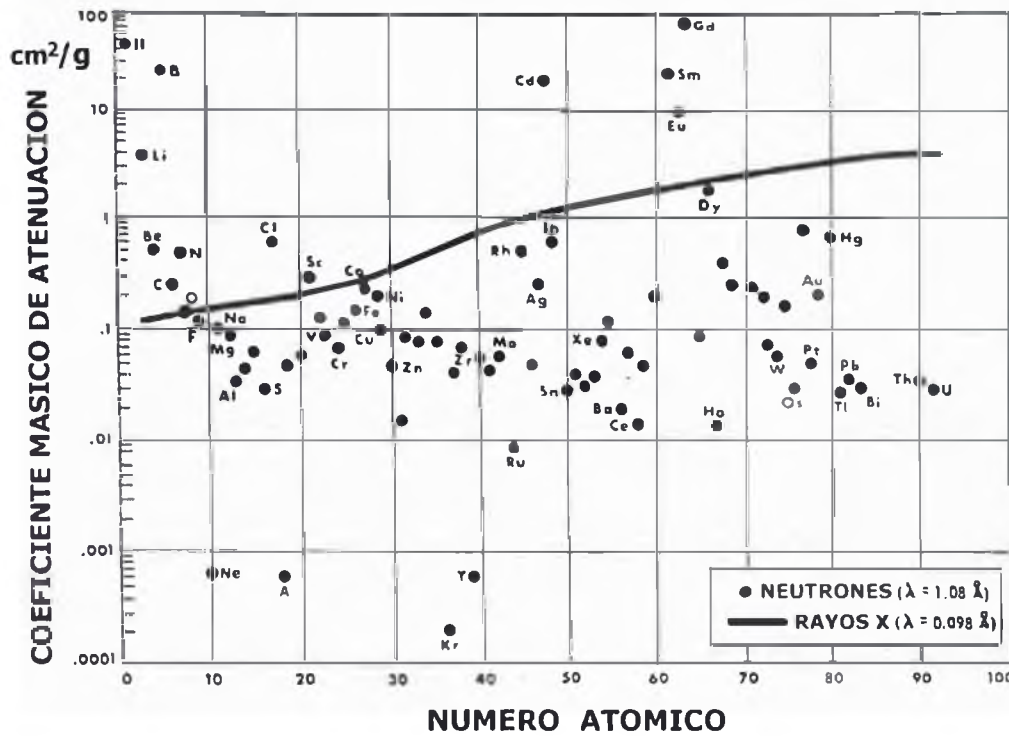


Figura Nº 5. Coeficiente másico de atenuación de varios elementos para neutrones y rayos x, ofrecido por Barton, J.P., [10].

Dadas estas diferencias, tanto la radiografía con rayos X como la radiografía con neutrones resultarían ser complementarias.

Por la forma como se describieron los procesos de obtención de una radiografía con neutrones, el registro en una película radiográfica de neutrones que se difractan al paso de una muestra cristalina es posible. Es de suponer que para ello, debe contarse con una facilidad donde el flujo neutrónico y los blindajes sean los adecuados.



## CAPITULO 2

### PARTE EXPERIMENTAL

Para la obtención de los patrones de Laue en cristales de NaCl, tuvo que realizarse previamente los siguientes procesos experimentales:

- o conocimiento del flujo neutrónico del conducto de irradiación
- o diseño del sistema blindante y monitoraje de tasas de dosis
- o irradiación de cristales y obtención de patrones de Laue

#### 2.1 Descripción del Conducto de Irradiación

El Centro Nuclear RACSO cuenta con un reactor nuclear de investigación denominado RP-10. Este reactor, que tiene una potencia nominal de 10 MW, es tipo piscina, usa como combustible el  $U_3O_8$  y es moderado con agua liviana. El agua del reactor sirve a su vez como refrigerante y blindaje.

El Reactor RP-10 cuenta con varias posiciones de irradiación, unas dentro del núcleo y otras externas que convergen en la denominada sala experimental.

##### 2.1.1 El Conducto Radial N°1

El Conducto Radial N°1 consta de las siguientes partes:

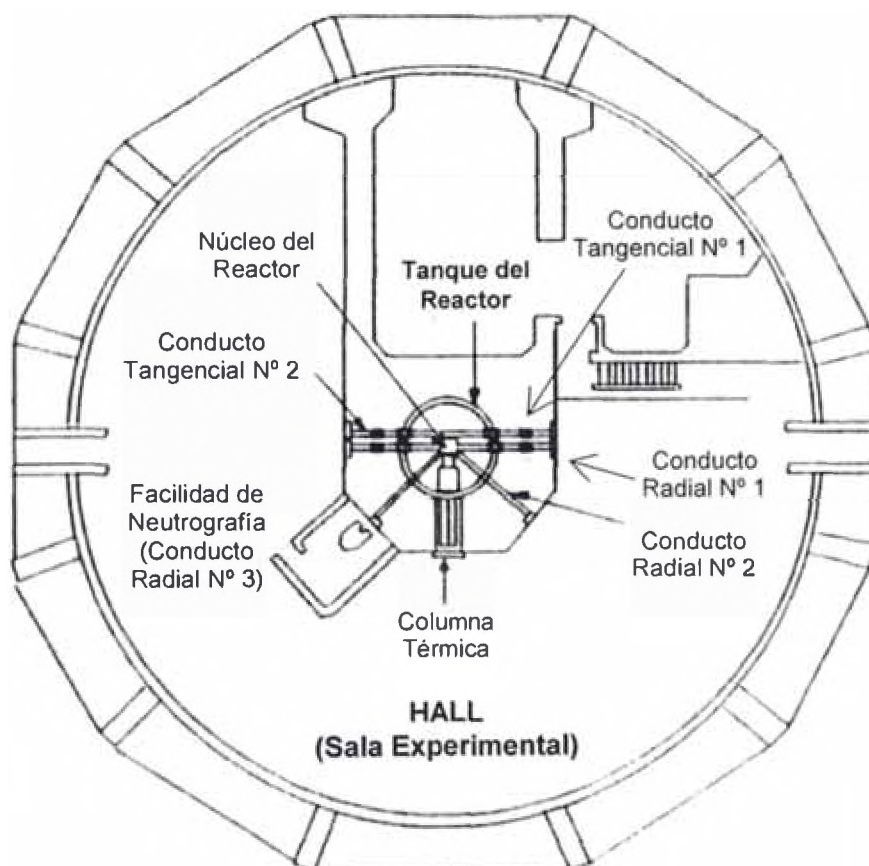
*El conducto interno*, tubo cilíndrico hueco con revestimiento de cadmio en su interior que se encuentra dentro de la piscina del reactor. Este conducto se desplaza verticalmente sobre una guía de acero inoxidable soldada al tanque del reactor. El desplazamiento de este conducto se realiza de manera manual y con autorización del jefe del reactor y sus supervisores.

*El conducto externo*, formado por dos tubos rectos de acero inoxidable, uno de ellos en contacto con el tanque del reactor y el otro que termina en la sala experimental con un diámetro de unos 30 cm. Este conducto se

encuentra dentro de la estructura civil del reactor que le sirve como blindaje.

El shutter, blindaje u obturador del haz, que es un dispositivo móvil accionado por un sistema neumático el cual es gobernado desde una caja de válvulas. Este obturador tiene la forma de un paralelepípedo de plomo de unos 22 cm de espesor, con láminas de cadmio y es perpendicular al haz neutrónico que emerge del conducto externo.

En la Figura N° 6 puede apreciarse una vista superior de los conductos de irradiación que convergen en la sala experimental del Reactor RP-10. Como puede observarse, existen 2 conductos tangenciales al núcleo del reactor, 4 conductos radiales adicionales y una columna térmica.



**Figura N° 6.** Conductos de irradiación de la sala experimental del Reactor Nuclear RP-10 . El conducto de irradiación 2 es el Conducto Radial N° 1.

## **2.2 Diseños Previos: El Colimador Interno y el Sistema Blindante**

En la sala experimental de un reactor de investigación, al decidir habilitar una facilidad de irradiación para un determinado fin, ésta debe ser caracterizada previamente, es decir, es necesario conocer parámetros característicos como el flujo neutrónico, relación de cadmio, tasas de dosis tanto neutrónica como gamma en los alrededores de la facilidad utilizada, entre otros.

La decisión de elegir la salida del Conducto Radial N° 1 para el desarrollo de las experiencias se tomó gracias a la disponibilidad de una nueva facilidad, distinta a la ya instalada facilidad de neutrografía. Otra razón de tal decisión fue también la reinsertión del conducto interno dentro del tanque del reactor luego de una serie de prolongados trabajos de mantenimiento y arreglos en el mismo.

Dado el interés del IPEN en efectuar trabajos relacionados con la difracción de neutrones, se propuso que dicho conducto sea el destinado a ser el lugar de trabajo. En tal sentido, si éste es el fin, no puede pasarse por alto estas experiencias previas.

Antes de determinar el flujo neutrónico a la salida del Conducto Radial N° 1 se tuvo que acondicionar la facilidad de manera tal que las tasas de dosis en los alrededores sean tales que las dosis que reciban las personas que laboren ahí no superen los límites permisibles que establece la entidad reguladora.

Para reducir las tasas de dosis a la salida del Conducto Radial N° 1 debe considerarse la presencia del haz mixto de radiaciones, neutrón – gamma, provenientes del núcleo del reactor. Por ello, debe utilizarse materiales capaces de atenuarlos eficientemente, tales como plomo y concreto para atenuar radiación gamma, y parafina, polietileno, compuestos de boro y láminas de cadmio para atenuar la radiación neutrónica.

El uso de un colimador diseñado y construido a base de estos materiales y ubicado dentro del conducto externo de la facilidad de irradiación resulta ser buena alternativa.

Los pormenores de esta elección así como del blindaje a la salida del conducto de irradiación se describen a continuación.

### 2.2.1 Diseño del Colimador Interno

El colimador que se colocó en el interior del conducto externo de la facilidad de irradiación fue construido usando discos de plomo de 2.5 cm de espesor y bloques cilíndricos de parafina con boro al 10 %; los diámetros externos de estas piezas son de 30 cm, igual al del conducto externo, y los diámetros internos son de 10 cm; como ya se adelantó, éste colimador reduciría además la influencia neutrónica y gamma en los alrededores del lugar de irradiación.

Una vez colocado el sistema, a la salida del colimador se consiguió un haz neutrón – gamma de 10 cm de diámetro. La Figura N° 7 muestra una de las primeras configuraciones del sistema colimador que se instaló en la facilidad de irradiación.



**Figura N° 7.** Configuración del colimador interno usado en la determinación del flujo neutrónico.

### 2.2.2 Diseño del Sistema Blindante

Como ya se mencionó, en la facilidad de irradiación hay presente un campo mixto de radiaciones, neutrón y gamma, y las irradiaciones del cristal a la potencia de operación del reactor de 8.5 MW significarán tasas de dosis elevadas en los alrededores de dicha facilidad; por ello, también fue necesario diseñar y elaborar un sistema blindante que reduzca estas tasas de dosis de manera tal que las dosis que reciba el personal operador se encuentren dentro de los límites permisibles.

Para tal propósito, se usaron los siguientes materiales capaces de atenuar ambos tipos de radiaciones:

o Bloques de concreto armado de 3 tipos cuyas dimensiones fueron:

Tipo 1: 30 cm x 50 cm x 110 cm

Tipo 2: 30 cm x 50 cm x 80 cm

Tipo 3: 30 cm x 50 cm x 50 cm

- o Bloques de parafina con dimensiones 8 cm x 30 cm x 49 cm
- o Bloques de polietileno y polietileno borado
- o Bloques de plomo de 2.5 cm de espesor
- o Bloques cilíndricos de parafina con bórax
- o Flex Boron, material flexible de 1/8'' de espesor (0.3 cm)
- o Láminas de Cadmio

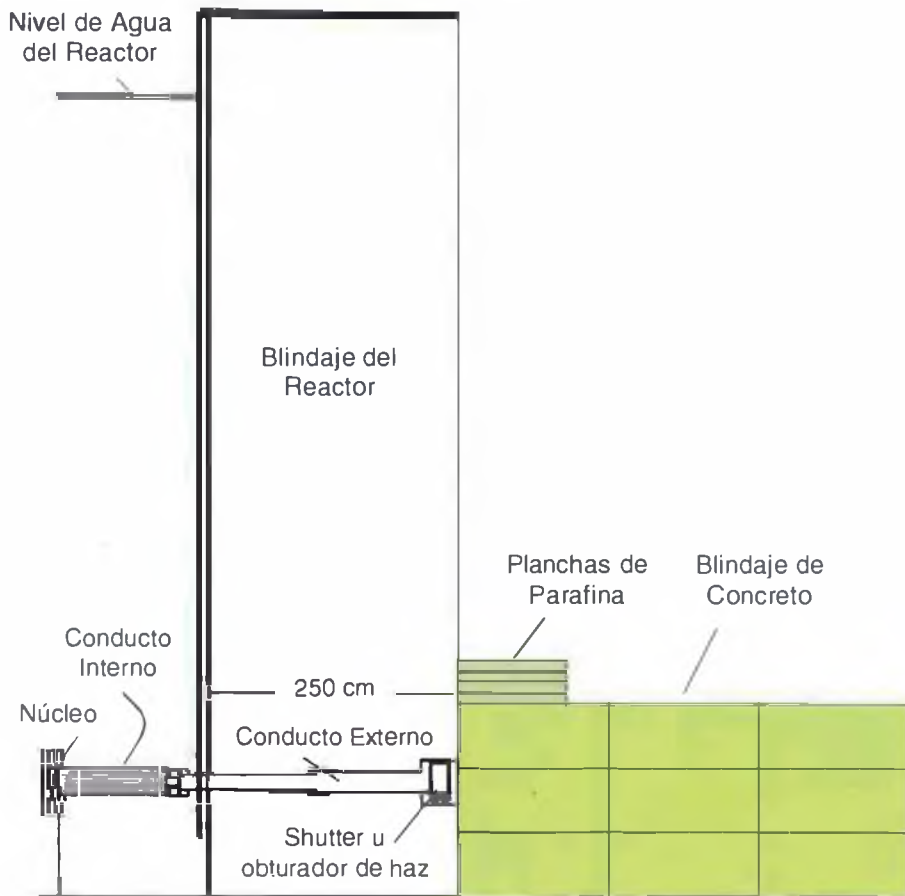
Haciendo uso de los bloques de concreto, el exterior del recinto de irradiación se diseñó de la forma como se muestra en la Figura N° 8. Para verificar la eficacia del sistema blindante se efectuaron mediciones de tasas de dosis en los alrededores cuando el reactor operó a bajas potencias hasta llegar poco a poco a la potencia de 8.5 MW.

Las tasas de dosis neutrónica y gamma fueron medidas con los siguientes dispositivos:

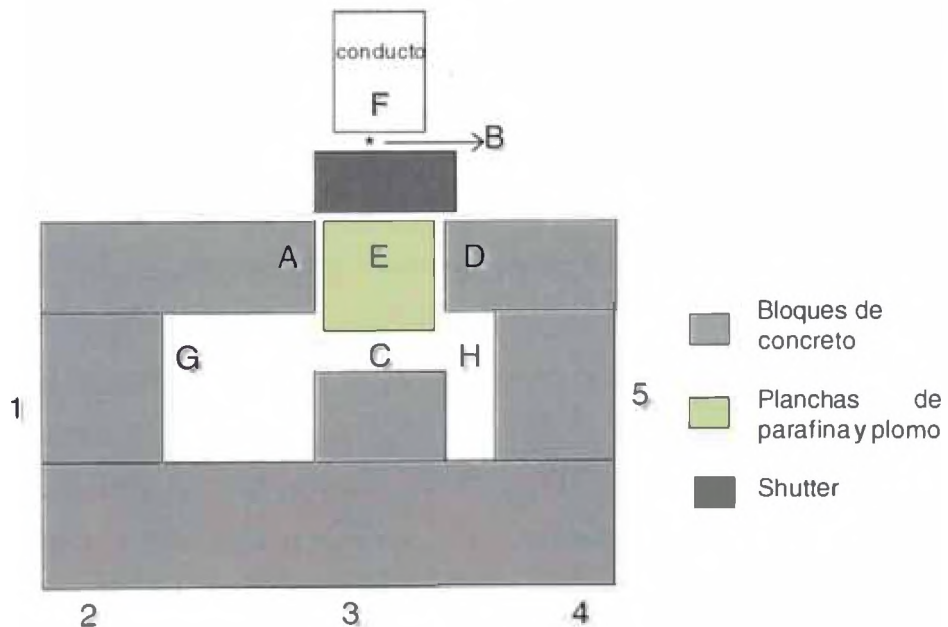
Monitor de radiación gamma con telesonda FAG, Modelo FH40F3 con rango de medición de hasta 99.9 R/h.

Monitor de neutrones NRC, Modelo NP2 con rango de medición de hasta 2000 mrem/h.

Una vez instalado el colimador y el sistema blindante que puede observarse en la Figura N° 8b, se efectuó un monitoreo de la radiación dispersa en puntos que se encuentran encima del blindaje y luego en puntos transitables por personas en los exteriores del recinto blindante.



(a)



(b)

**Figura N° 8.** (a) Perfil de la facilidad de irradiación (b) Vista superior del sistema blindante establecido en la facilidad de irradiación. Los puntos 1, 2, 3, 4 y 5 son de tránsito del personal operador; allí se midieron tasas de dosis.

Para tener una idea, en la Tabla N° 2 se ofrecen mediciones encima del blindaje de las tasas de exposición gamma y tasas de dosis neutrónicas a shutter abierto cuando el reactor operó a 100 kW de potencia.

En los exteriores al sistema blindante, tales como los puntos 1, 2, 3, 4 y 5 de la Figura N° 8b, las mediciones de la tasa de exposición gamma y tasa de dosis neutrónica no superan los correspondientes al fondo natural, es decir, 15  $\mu$ R/h y 0.1 mrem/h respectivamente. Estos mismos resultados se obtienen al efectuar monitorajes en estos puntos a la potencia de 8.5 MW.

**Tabla N° 2.** Monitoraje gamma y neutrónico en distintos puntos encima del sistema blindante cuando el reactor operó a 100 kW.

Posición	Shutter Abierto	
	Tasa de Exposición, mR/h	Tasa de Dosis, mrem/h
A	21	60
C	40	300
D	26	50
E	68	80
G	5	40
H	27	25

### 2.3 Conocimiento del Flujo Neutrónico del Conducto de Irradiación

Manteniendo la configuración del colimador interno mostrado en la Figura N° 7 se preparó todo el sistema para determinar el flujo neutrónico en dicha facilidad a la potencia del reactor de 8.5 MW, potencia prevista para la irradiación de los cristales para obtener los patrones de Laue.

Como ya es sabido, las hojuelas usadas para este propósito fueron de oro de alta pureza. Estas hojuelas al activarse emiten radiación gamma de 411.8 keV con probabilidad de emisión del 95.5% de acuerdo al diagrama de decaimiento que se presenta en la Figura N° 9.

Gerhard Erdtmann, [13], ofrece las siguientes propiedades de las hojuelas de oro que sirven para determinar el flujo neutrónico en el conducto radial que se utiliza:

- o  $\sigma_{th}$  : 98.8 b =  $98.8 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$
- o  $I_0$  : 1560 b =  $1560 \times 10^{-24} \text{ cm}^2$
- o  $T_{1/2}$ : 2.695 d, por tanto,  $\lambda = 0.2572 \text{ d}^{-1} = 1.786 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1} = 2.976 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$



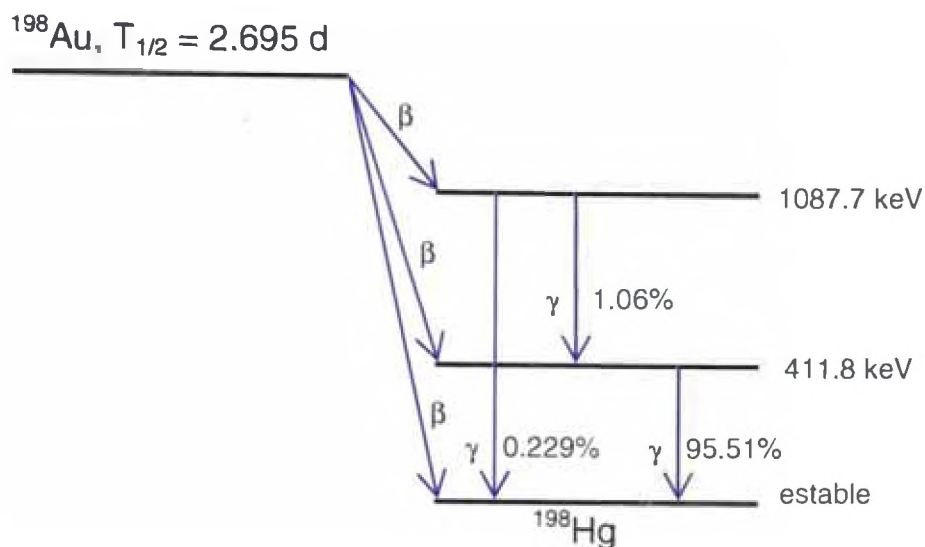


Figura N° 9. Diagrama de decaimiento del  $^{198}\text{Au}$  según el software Rad Decay, Versión 2.0 (18)

Por su parte, la expresión (25), expresión final para determinar el flujo de neutrones térmicos, requiere del conocimiento de la eficiencia del sistema de medición a la energía de 411.8 keV que corresponde a la energía del fotón gamma emitido por la hojuela de oro.

Para ello y a continuación, se dedicará unas líneas para mostrar los cálculos que conduzcan a conocer tal eficiencia.

### 2.3.1 Eficiencia del Sistema de Medición

Lo primero que se hace cuando se pretende usar una cadena de espectrometría gamma, en nuestro caso de "alta resolución", es calibrarlo en energía y determinar su eficiencia a la energía del fotón gamma que se pretende medir.

Para ello, se usa una fuente de  $^{152}\text{Eu}$  que emite un buen número de fotones gamma. Usando la expresión (23) se obtiene las eficiencias del sistema de medición a las energías de los fotones gamma que ésta emite y luego se obtiene la curva eficiencia versus energía,  $\epsilon$  vs  $E$ ; esta curva puede ajustarse a una expresión semi-empírica y a partir de esta expresión obtener la eficiencia del sistema a la energía del fotón gamma que emiten las hojuelas de oro.

La Tabla N° 3 muestra los valores de la eficiencia del sistema de medición a las energías de los fotones gamma del  $^{152}\text{Eu}$  para un tiempo de medición de 10 minutos y para una distancia fuente - detector de 14.7 cm.



y se encontró que  $a = 0.318$  y  $b = -0.909$ .

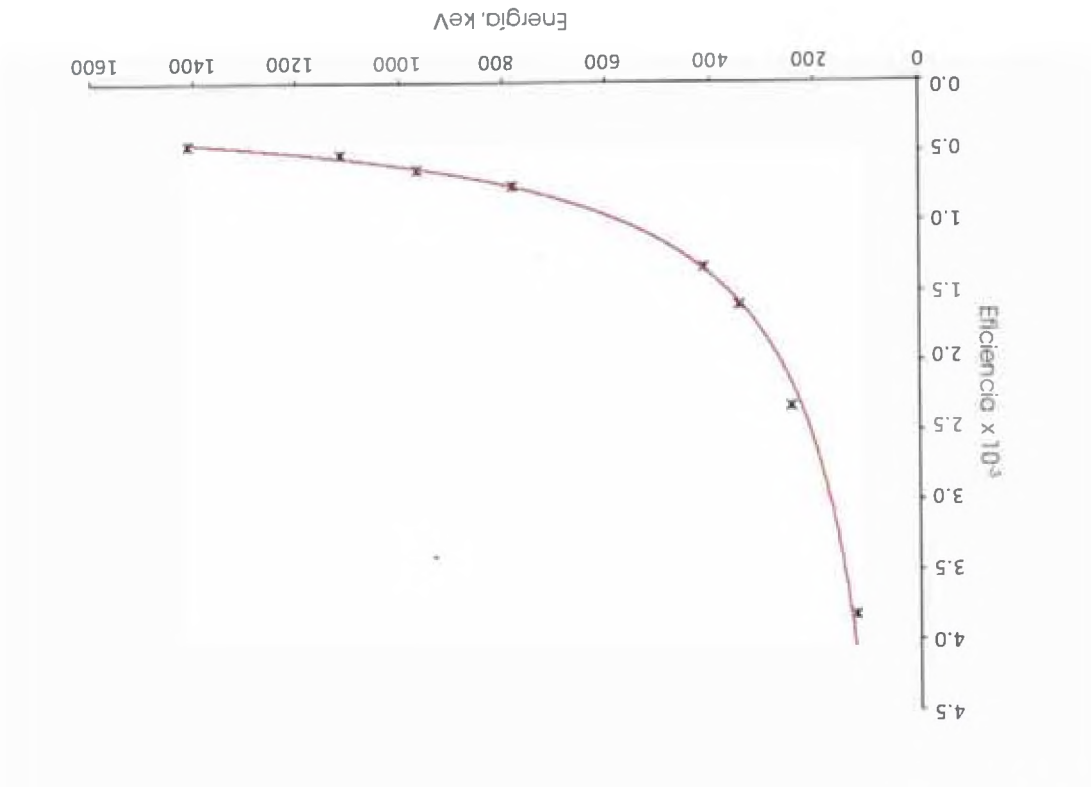
$$\epsilon = a E^b$$

(30)

la expresión de la forma:

Haciendo uso de una hoja de cálculo Excel, fue posible ajustar la curva  $\epsilon$  vs  $E$  a

**Figura N° 10.** Eficiencia del sistema de medición en función de la energía de los fotones gamma que provienen de la fuente de calibración  $^{152}\text{Eu}$ .



de la Tabla N° 3.

Por su parte, la Figura N° 10 muestra la gráfica  $\epsilon$  vs  $E$  obtenida con los resultados

E, keV	I, %	A <sup>neto</sup> , cuentas	$\epsilon$
1408.02	20.85	9537	$4.424 \times 10^{-5}$
1112.08	13.54	7191	$5.137 \times 10^{-4}$
964.05	14.63	9441	$6.242 \times 10^{-4}$
778.90	12.97	9927	$7.403 \times 10^{-4}$
411.12	2.24	3056	$1.319 \times 10^{-3}$
344.28	26.57	43803	$1.595 \times 10^{-3}$
244.69	7.53	18071	$2.321 \times 10^{-3}$
121.78	28.37	111806	$3.812 \times 10^{-3}$

**Tabla N° 3.** Determinación de la eficiencia absoluta de la fuente de  $^{152}\text{Eu}$  al momento de la medición usando la expresión (23). La actividad de la fuente de  $^{152}\text{Eu}$  al momento de la medición fue de  $172.3 \text{ kBq}$ .

Al reemplazar el valor de 411.8 keV, la energía del fotón gamma emitido por la hojuela de oro, en la expresión (30) se obtuvo que la eficiencia del sistema de medición fue:

$$\varepsilon = 1.335 \times 10^{-3} \quad (31)$$

valor que será utilizado en la expresión (25) para determinar el flujo de neutrones térmicos.

A continuación se presenta el procedimiento experimental para conocer el flujo neutrónico:

- disponer el sistema de medición calibrado en energía y eficiencia
- se limpiaron las hojuelas con alcohol químicamente puro
- se colocaron sobre una lámina de aluminio las hojuelas de oro, distantes a unos 8 cm; una de ellas bajo una cubierta de cadmio de 1 mm de espesor y la otra desnuda
- se colocó la lámina con las hojuelas a la salida del conducto de irradiación
- se inicia la irradiación por 3 h y se anota la hora de inicio
- se corta la irradiación y se anota la hora
- se efectúa un monitoreo y luego se retiran las hojuelas a un lugar distante del sistema de medición
- conservando la distancia "fuente – detector" de 14.7 cm con la que se calibró en energía y eficiencia el sistema de medición, se coloca la hojuela que estuvo cubierta bajo cadmio y se mide la radiación gamma que ésta emite durante 1 h; se anota la hora al inicio y fin de la medición
- se retira la hojuela anterior y se coloca ahora la hojuela que estuvo desnuda y se mide la radiación gamma que ésta emite durante 30 min; se anota la hora al inicio y fin de la medición

De acuerdo a los tiempos registrados en el procedimiento anterior y en concordancia con la Figura N° 2, se presenta la Tabla N° 4 donde se muestran algunas cantidades necesarias para conocer el flujo neutrónico.

**Tabla N° 4.** Reporte de las áreas netas bajo los picos del  $^{197}\text{Au}$  a la energía de 411.8 keV y determinación de los factores  $F_i$ ,  $F_e$  y  $F_m$  para el cálculo del flujo de neutrones.

Hojuela	$m$ , mgr	$N$	$t_i$ , h	$t_e$ , min	$t_m$ , min	$F_i$	$F_e$	$F_m$	$A_{\text{neto}}$
Bajo Cd	64.57	$1.976 \times 10^{20}$	3.0	69.66	60.00	0.03164	0.9876	3581.58	36443
Desnuda	64.62	$1.974 \times 10^{20}$	3.0	136.00	30.00	0.03164	0.976	1795.58	166510

Con los valores de  $N$ ,  $m$ ,  $A_{\text{neto}}$ ,  $F_i$ ,  $F_e$  y  $F_m$  para ambas hojuelas y reemplazándolos en la expresión (28) se obtiene el valor de la relación de cadmio:

$$R_{Cd} = 9.21 \quad (32)$$

Finalmente, reemplazando los valores obtenidos y los correspondientes valores de  $\varepsilon$ ,  $I$ ,  $\sigma_{th}$  y  $R_{Cd}$ , en la expresión (25), se tendrá el siguiente valor para el flujo de neutrones térmicos:

$$\phi_{th} = 1.07 \times 10^3 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \quad (33)$$

y usando este valor de  $\phi_{th}$  junto con el valor de  $R_{Cd}$  e  $I_0$  en la expresión (29) se tiene el valor del flujo de neutrones epitérmicos:

$$\phi_{epi} = 8.29 \times 10^5 \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1} \quad (34)$$

Como puede observarse, el flujo neutrónico térmico resulta ser importante. Las múltiples experiencias tenidas en la radiografía con neutrones permiten concluir que con este flujo neutrónico en el rango térmico existe la posibilidad de obtener patrones de Laue.

## 2.4 Obtención de los Patrones de Laue

Conocido el flujo neutrónico, se vio conveniente modificar el colimador interno a fin de reducir más la radiación dispersa en los alrededores de la facilidad. Esto se consiguió reduciendo el diámetro del haz a 5 cm y para ello se colocaron piezas huecas dentro del conducto interno con estos diámetros.

Este colimador tuvo que alinearse con unas piezas adicionales de plomo y parafina borada que permitan brindar un haz neutrón - gamma de 1 cm de

diámetro y efectuar las irradiaciones de los cristales. Esta última configuración del sistema se muestra en la Figura N° 11.

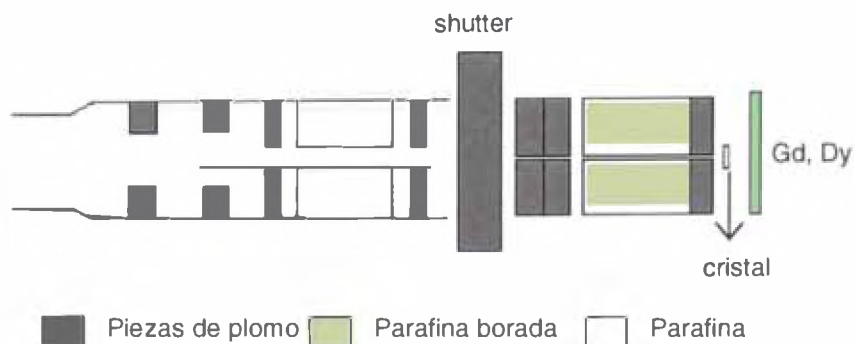
El interesante flujo neutrónico térmico nos permite tener, en primera instancia, un requisito importante para la producción de difracción: la longitud de onda asociada a los neutrones.

Teniendo en cuenta las expresiones (5), (7) y (8) con algunas energías en los rangos energéticos del espectro neutrónico y usando la constante de red para el cristal de NaCl que es  $a=5.63 \text{ \AA}$ , se puede elaborar la Tabla N° 5 donde se muestran las longitudes de onda asociadas a los neutrones y los ángulos de difracción correspondientes para la reflexión en el plano (2 0 0).

**Tabla N° 5.** Longitudes de onda asociados a los neutrones según valores de energías escogidos en los rangos energéticos del espectro neutrónico y ángulos de difracción para la reflexión del plano (2 0 0) en su primer orden ( $n = 1$ )

Rango del Espectro Neutrónico	$E$	$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}}$	$\text{sen}\theta = \frac{\lambda}{2d_{200}}$	$\theta$ (°)
Térmicos ( $E < 0.5 \text{ eV}$ )	0.025 eV	$1.81 \times 10^{-10} \text{ m}$	0.32149	18.75
	0.07 eV	$1.08 \times 10^{-10} \text{ m}$	0.19182	11.06
	0.1 eV	$9.05 \times 10^{-11} \text{ m}$	0.16074	9.24
Epitérmicos ( $0.5 \text{ eV} < E < 10 \text{ keV}$ )	2 eV	$2.02 \times 10^{-11} \text{ m}$	0.03587	2.05
	100 eV	$2.86 \times 10^{-12} \text{ m}$	$5.079 \times 10^{-3}$	0.29
	5 keV	$4.04 \times 10^{-13} \text{ m}$	$7.175 \times 10^{-4}$	0.04
Rápidos ( $10 \text{ keV} < E < 15 \text{ MeV}$ )	50 keV	$1.28 \times 10^{-13} \text{ m}$	$2.273 \times 10^{-4}$	$1.30 \times 10^{-2}$
	500 keV	$4.04 \times 10^{-14} \text{ m}$	$7.175 \times 10^{-5}$	$4.11 \times 10^{-3}$
	5 MeV	$1.28 \times 10^{-14} \text{ m}$	$2.273 \times 10^{-5}$	$1.30 \times 10^{-3}$

Estos resultados confirman que si sería posible obtener patrones de difracción de neutrones térmicos en la facilidad elegida. Patrones de difracción con neutrones epitérmicos y rápidos es difícil e imposible de registrar por este tipo de experiencias.



**Figura N° 11.** Configuración del colimador en el interior del conducto interno de la facilidad de irradiación.

Los materiales que se utilizaron para obtener los patrones fueron:

- chasis de aluminio de 24 cm x 12 cm
- convertidor de gadolinio TRIMAX-8 de 10 cm x 15 cm
- convertidor de disprosio metálico de 10 cm x 10 cm
- películas radiográficas:
  - de grano grueso, rápidas, AA-5 de Kodak de 10 cm x 15 cm
  - de grano grueso, rápidas, D7 de Agfa de 10 cm x 15 cm
  - de grano fino, de resolución, R de Kodak de 10 cm x 15 cm
- reactivos químicos: revelador y fijador
- ganchos
- secador de películas
- cristales de NaCl de unos 2.5 cm de diámetro

Los patrones de Laue se obtuvieron usando películas de grano grueso como la AA-5 de Kodak; para ello, se siguió el siguiente procedimiento:

#### *Uso del método directo*

- habiendo configurado el sistema según la Figura N° 11, se coloca el cristal a unos 5 cm del último bloque del colimador
- colocar detrás del cristal el chasis con la película y el convertidor de gadolinio
- iniciar la irradiación del cristal por un tiempo igual a 20 minutos
- cortar la irradiación
- llevar el chasis a la sala de revelado
- retirar la película del chasis y proceder a revelarla según los procedimientos establecidos (5 minutos de revelado, 2 minutos de enjuague en agua, 5 minutos de fijado y 5 minutos de enjuagado final)

#### *Uso del método indirecto*

- colocar detrás del cristal el convertidor de disprosio
- iniciar la irradiación del cristal por un tiempo igual a 5 horas
- cortar la irradiación
- llevar el convertidor activado a la sala de revelado

colocar dentro del chasis una película de 15 cm x 10 cm junto con el convertidor activado

luego de 48 horas de contacto, retirar la película y revelarla según los procedimientos establecidos

## CAPITULO 3

### RESULTADOS

#### 3.1 Discusiones y Comentarios

El desarrollo del presente trabajo permitió obtener los siguientes resultados:

- Usando el colimador diseñado que se muestra en la Figura N° 11 así como el sistema blindante que se muestra en la Figura N° 8b, se obtuvieron patrones de Laue de un cristal de NaCl usando los métodos directo e indirecto de la radiografía neutrónica. Las irradiaciones del cristal se llevaron a cabo cuando el Reactor RP-10 operaba a 8.5 MW de potencia y sin que se superen los límites de dosis que establecen las exigencias regulatorias.

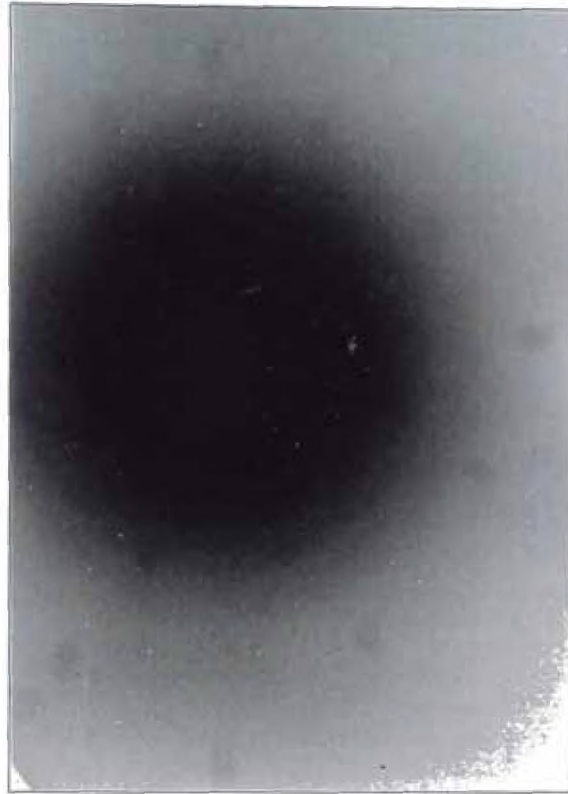
La Figura N° 12 muestra el patrón de Laue usando el método directo mientras que la Figura N° 13 muestra el patrón de Laue del mismo cristal pero obtenido usando el método indirecto.

Puede observarse la notable influencia de la radiación gamma en el patrón obtenido con el método directo; sin embargo, este inconveniente puede superarse solo si se dispone de por lo menos un día (unos 10 periodos de semidesintegración del disprosio) para efectuar la transferencia de la imagen radiactiva en la película. En este tiempo la actividad del convertidor activado decae el 99.9%.

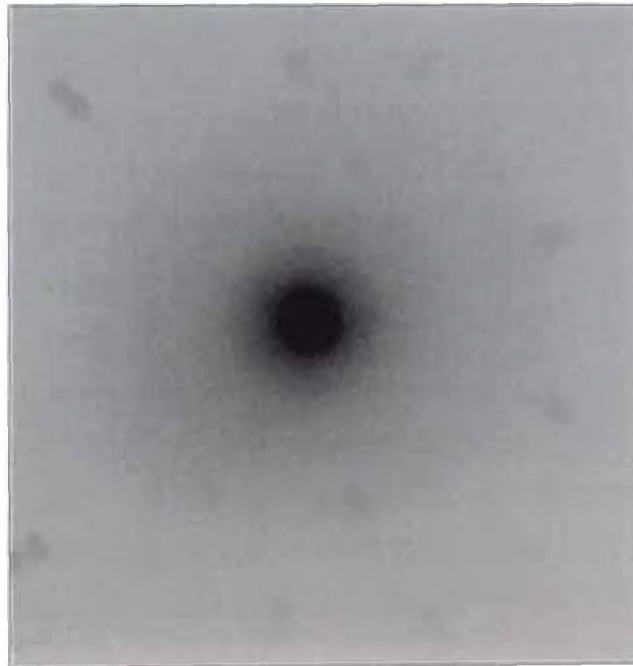
La Tabla N° 6 brinda detalles de las condiciones de irradiación y algunas diferencias notorias entre ambos métodos.

**Tabla N° 6.** Diferencias en las formas de obtención de los patrones de Laue usando los métodos de radiografía neutrónica

CARACTERISTICAS	PATRONES DE LAUE	
	Figura N° 12	Figura N° 13
Cristal utilizado	NaCl	NaCl
Método utilizado	Directo Convertidor: Gadolinio (TRIMAX -8)	Indirecto Convertidor: Disprosio (Metálico)
Película utilizada	AA-5 Kodak (grano grueso)	AA-5 Kodak (grano grueso)
Tiempo de irradiación del cristal	20 minutos	300 minutos
Tiempo de contacto	No requiere	2 días
Tiempo estimado para obtener el patrón	30 minutos	1 día



**Figura N° 12.** Patrón de Laue de una muestra cristalina de NaCl usando el método directo de radiografía neutrónica. La mancha oscura refleja la alta influencia de la radiación gamma que acompaña al haz neutrónico al irradiar el cristal y la película.



**Figura N° 13.** Patrón de Laue de una muestra cristalina de NaCl usando el método indirecto de radiografía neutrónica. A diferencia del patrón obtenido usando el método directo la influencia de la radiación gamma es ignorada.



- b. A diferencia de la difracción de electrones, en la difracción de neutrones no es sencillo analizar el patrón de Laue. Sin embargo, es posible hacer una breve descripción cualitativa del mismo.

Si se tiene en cuenta que la red de Bravais del cristal de NaCl es cúbica centrada en las caras y cuya arista del cubo es de 5.63 Å, las posibles reflexiones vienen determinados por los puntos recíprocos  $\vec{G}(hkl) = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}$ , donde  $\vec{A}$ ,  $\vec{B}$  y  $\vec{C}$  son los vectores primitivos de traslación de la red recíproca. Las intensidades de las reflexiones para la red del cristal usado dependerá obviamente del contenido del cristal, y por tanto, del contenido de la celda; en particular, el factor de estructura para la red del NaCl será:

$$\zeta(hkl) = f \left[ 1 + e^{-i\pi(k+l)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(h+k)} \right]$$

que toma los siguientes valores:

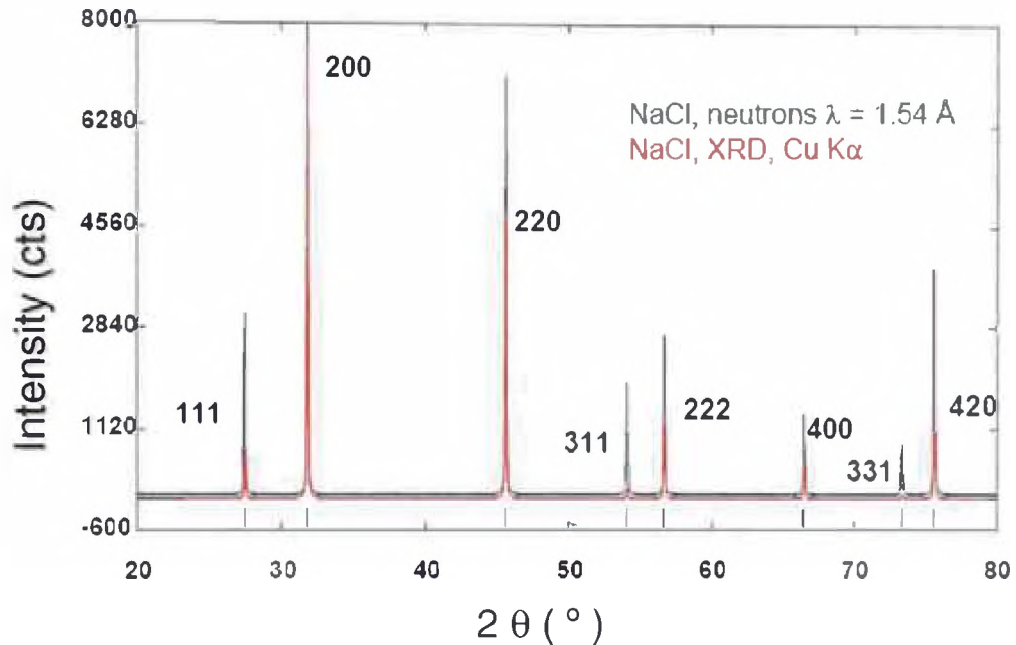
$$\zeta(hkl) = \begin{cases} 4f, & \text{si } h, k, l \text{ son todos pares o impares} \\ 0, & \text{en cualquier otro caso} \end{cases}$$

siendo  $f$  el poder difusor del átomo. A partir de este último resultado, es posible explicar porque no es posible visualizar la reflexión (1 0 0) y si las reflexiones (1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (3 3 1), (4 2 0) entre otros. Sin duda alguna que los neutrones difractados en el patrón mostrado en la Figura N° 13 están relacionados con las reflexiones que se acaban de mencionar.

- c. En vista que son escasos los trabajos publicados sobre difracción de rayos X y de neutrones en muestras de NaCl usando el método de Laue, fue posible obtener un estudio comparativo entre ambos métodos de difracción para una muestra en polvo de NaCl realizada por Malte Behrens, [16]; los patrones de difracción pueden observarse en la Figura N° 14. Haciendo uso de tarjetas o fichas de la *Joint Committee on Powder Diffraction Standards* (1969), reemplazada por la *International Centre for Diffraction Data* (1978), puede observarse que las reflexiones más importantes resultan ser:

(1 1 1), (2 0 0), (2 2 0), (3 1 1), (2 2 2), (4 0 0), (3 3 1) y (4 2 0)  
cuyas presencias fueron ya justificadas y comentadas en (b).

### Neutron versus X Ray Diffraction Pattern



**Figura N° 14.** Patrones de difracción de una muestra en polvo de NaCl obtenidos con difractómetros de rayos X y de neutrones (16). En ambos casos, los planos de reflexión son los mismos, lo cual prueba que éstos vienen a ser propios de la muestra que se analiza.

Para los fines del presente informe, el resultado del trabajo realizado por Malte Behrens, daría el derecho de esperar que un patrón de Laue del cristal de NaCl usando rayos X fuera similar al obtenido con neutrones. La ventaja de usar rayos X es que podría orientarse el cristal respecto al haz incidente cuantas veces se quiera y obtener varios patrones para poder observar la simetría de los mismos que concluyan que el haz de rayos X tiene una orientación definida en el cristal.

### 3.2 Conclusiones

1. La experiencia efectuada demuestra que los neutrones provenientes del Conducto Radial N° 1 del Reactor RP-10 ofrecen propiedades y condiciones apropiadas para realizar estudios de difracción.

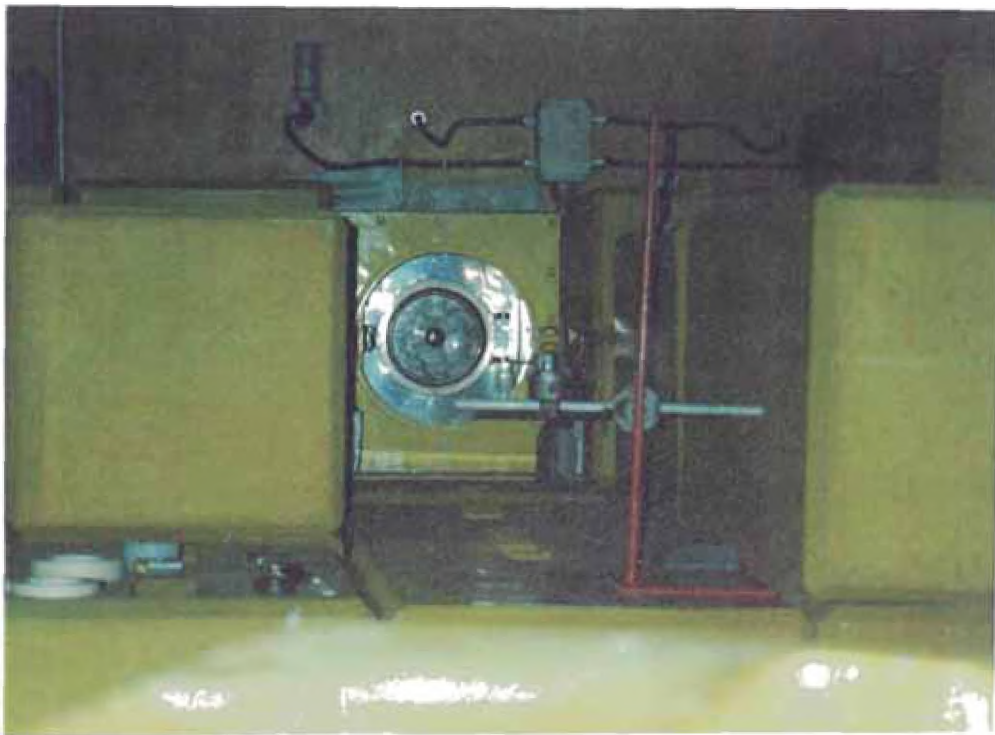
2. La metodología seguida para obtener los patrones de Laue permite orientar los cristales en sus direcciones de simetría. Esto se consigue colocando el cristal sobre una plataforma con libertad de giro y sobre él incidirá el haz neutrónico. Si se gira el cristal un pequeño ángulo  $\alpha$  en sentido horario y se obtiene el patrón de Laue, puede compararse con el respectivo patrón de Laue obtenido cuando el cristal gira un ángulo  $\alpha$  pero en sentido antihorario. De encontrarse simetría en los patrones obtenidos, se concluye que el haz neutrónico incidía en la dirección de un eje de simetría del cristal.
3. La difracción de neutrones, a diferencia de la difracción de electrones, tiene el grave inconveniente de la necesidad de disponer de una fuente de neutrones, como la de un reactor, y de una compleja instrumentación. Además, se debe tener en cuenta que los neutrones tienen la particularidad de activar la materia.
4. En vista que los patrones de Laue se obtienen usando muestras cristalinas, la obtención de patrones sirve para verificar una muestra de éstas luego de su proceso de crecimiento.
5. Finalmente, no debe olvidarse que la difracción de neutrones en cristales permite obtener neutrones monoenergéticos, algo difícil de conseguir por otra metodología.

## ANEXO

### Fotografías



**Figura N° A.1.** Bloques cilíndricos de parafina y plomo. Se observan los discos de plomo con radio interno de 5 cm.



**Figura N° A.2.** Vista de la salida del colimador interno en el Conducto Radial N°1. El haz emergente tiene un diámetro de 5 cm, el cual se reducirá a 0.8 cm con la colocación de una pieza final y los respectivos blindajes que reduzcan las tasas de dosis en los alrededores.



**Figura N° A.3.** Pieza final del colimador. Esta debe ser alineada con el colimador interno que se encuentra dentro del conducto de irradiación. Los bloques de plomo sirven para reducir la tasa de dosis gamma en los alrededores del recinto.



**Figura N° A.4.** Colocación de planchas de parafina en los alrededores de la pieza final del colimador. Estas planchas reducirán las tasas de dosis neutrónica en los alrededores del recinto.





**Figura N° A.5.** Vista superior de la pieza final del colimador. Nótese una vez más las piezas de plomo, concreto y parafina para reducir las tasas de dosis gamma y neutrónica respectivamente.



**Figura N° A.6.** A la izquierda se observa el posicionador del convertidor de disprosio. A la derecha se tiene el posicionador del cristal de NaCl.



**Figura N° A.7.** Techado del colimador luego de haberlo alineado.



**Figura N° A.8** Medición de las tasas de dosis gamma y neutrónica en el momento de la irradiación. Esta maniobra se realiza con frecuencia hasta que los blindajes usados permitan el registro de tasas de dosis que no den dosis por encima de los límites permitidos.

## REFERENCIAS

### 1. Textos, Artículos, Presentaciones

- [01] **Eisberg, R.** "*Fundamentos de Física Moderna*", Editorial Limusa - Wiley, 1ra Edición, **1973**
- [02] **Squires, G. L.** "*Introduction to the theory of Thermal Neutron Scattering* ", Dover Publications Inc, **1978**
- [03] **Travesí, A.** "*Análisis por Activación Neutrónica, Teoría, Práctica y Aplicaciones*", Publicaciones Científicas de la Junta de Energía Nuclear, **1975**
- [04] **Pizzutiello, R. J. & Cullinan R. T.**, "*Introducción a la Imagen Radiográfica Médica*", Kodak S.A., **2000**
- [05] **Bushong, S. C.** "*Manual de Radiología para Técnicos*", Elsevier España, **2005**
- [06] **Leeflang, H. P.** "*Image Recorders*", Practical Neutron Radiography, Commission of the European Communities – Neutron Radiography Working Group, Kluwer Academic Publishers, **1992**
- [07] **Berger, H.** "*Detection Systems for Neutron Radiography*", Practical Application of Neutron Radiography and Gaging, ASTM Special Technical Publication 586, **1976**
- [08] **Domanus, J. C.**, "*Imaging Techniques*", Practical Neutron Radiography, Commission of the European Communities – Neutron Radiography Working Group, Kluwer Academic Publishers, **1992**
- [09] **Markgraf, J. F.**, "*Converters*", Practical Neutron Radiography, Commission of the European Communities – Neutron Radiography Working Group, Kluwer Academic Publishers, **1992**
- [10] **Barton, J. P.** "*Neutron Radiography – An overview*", Practical Applications of Neutron Radiography and Gaging, ASTM Special Technical Publication 586, **1976**
- [11] **Kittel, Ch.** "*Introducción a la Física del Estado Sólido*", Editorial Reverté S.A., 3ra Edición, **1998**
- [12] **Rohlf, J. W.** "*Modern Physics from  $\alpha$  to  $Z^0$* ", John Wiley & Sons Inc, **1994**



- [13] **Erdtmann, G.** "*Neutron Activation Tables*", Verlag Chemie (Weinheim, NY), **1976**
- [14] **Debertin, K. & Helmer R. G.**, "*Gamma and X Ray Spectrometry with Semiconductor Detectors*", Elsevier Science Publisher, **1988**
- [15] **Cullity, B. D. & Stock, S.R.**, "*Elements of X Ray Diffraction*", Prentice Hall, 3rd Edition, **2001**
- [16] **Behrens, M.** "*Powder X Ray and Neutron Diffraction*", Fritz Haber Institut der Max Planck Gesellschaft, **2008**. Presentación disponible en:  
<http://www.fhi-berlin.mpg.de/acnew/groups/nanostructures/pages/teaching.html>

## **2. Normas**

- [17] **ASTM E 262-97**, "*Standard Test Method for Determining Thermal Neutron Reaction and Fluence Rates by Radioactivation Techniques*", [www.astm.org](http://www.astm.org), **1997**
- [18] **ASTM E 261-98**, "*Standard Practice for Determining Neutron Fluence, Fluence Rate and Spectra by Radioactivation Techniques*", [www.astm.org](http://www.astm.org), **1998**

## **3. Software**

- [19] **Rad Decay, Version 2.0**, "*Radioactive Nuclide Library and Decay Software*", Grove Engineering, **2002**