

# Aplicaciones de las técnicas nucleares y conexas para caracterización y análisis elemental de mineral en zona de influencia minera, Puno, Perú.

Proyecto de Pasantías

Instituto Peruano de Energía Nuclear, Lima.

Karla Thomé, EC

**Tutores:**

Oscar Baltuano (IPEN, Lima, PE)

Teófilo Vargas (UNMSM, Lima, PE)

**Supervisor:**

Pablo Mendoza (IPEN, Lima, PE)



Latin American alliance for  
Capacity building in Advanced physics

LA-CoNGA physics



Cofinanciado por el  
programa Erasmus+  
de la Unión Europea





## Litio: Falchani tiene 4 veces más 'oro blanco' del que se creía, anuncia American Lithium

La compañía reveló que los recursos medidos más indicados en el yacimiento de Puno crecieron a 5,53 millones de toneladas de carbonato de litio equivalente, un 476% más que la estimación previa en el 2019. Mineral es clave para la transición energética mundial. [1]



## Principales proyectos mineros de Puno

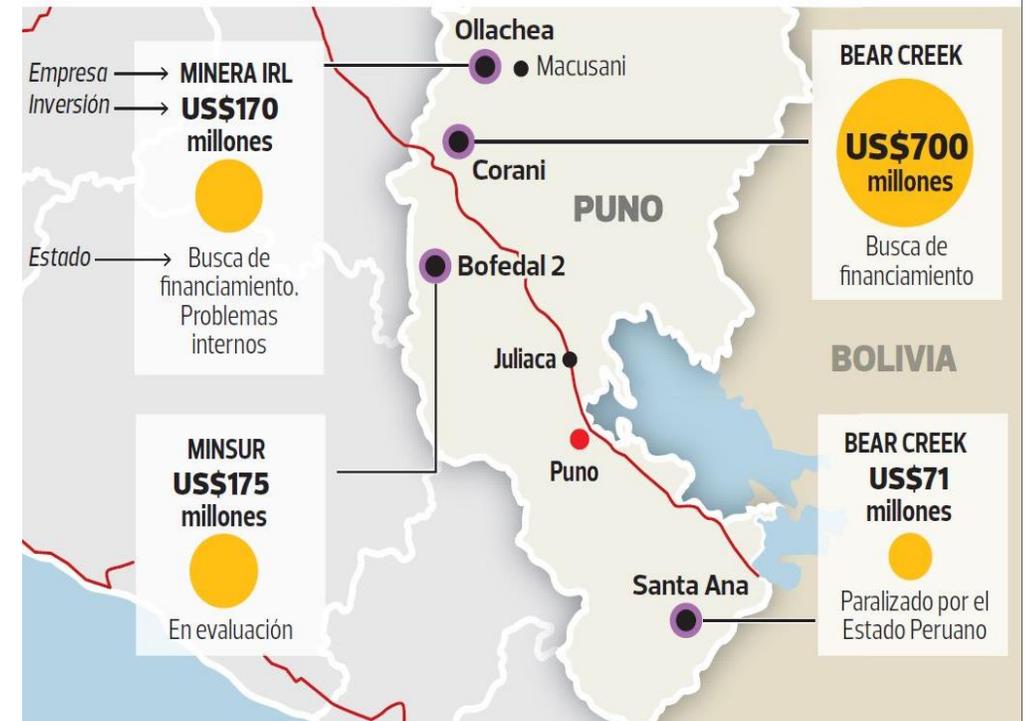


Figura 1. Zonas prospectivas de proyectos mineros aprobados por el Gobierno. [1]

Aunque varios estudios se han centrado en distintos aspectos de la región, como la litología, la geología estructural y la mineralización, se han realizado pocas investigaciones sobre los patrones de distribución elemental y base de contribución ambiental en diversos tipos de rocas.

[1] Salazar, E. (2023, November). *Litio: Falchani tiene 4 veces más "oro blanco" del que se creía, anuncia American Lithium*. Larepublica.pe; La República.pe. <https://larepublica.pe/economia/2023/11/01/macusani-yellowcake-falchani-american-lithium-cuadruplica-sus-proyecciones-de-litio-en-proyecto-de-puno-quelcaya-20771>



## Técnicas Analíticas:

- **Activación por Neutrones (AAN):**
  - Método no destructivo.
  - Requiere una cantidad mínima de muestra.
  - Aplicable a muestras orgánicas e inorgánicas.
  - Ventajas: Simplicidad en la preparación de muestras, minimización de superposiciones espectrales, coste moderado.
- **Fluorescencia de rayos X (FRX)**
- **Difracción de rayos X (DFX)**
- **Espectrometría gamma.**

## Evaluación radiológica ambiental

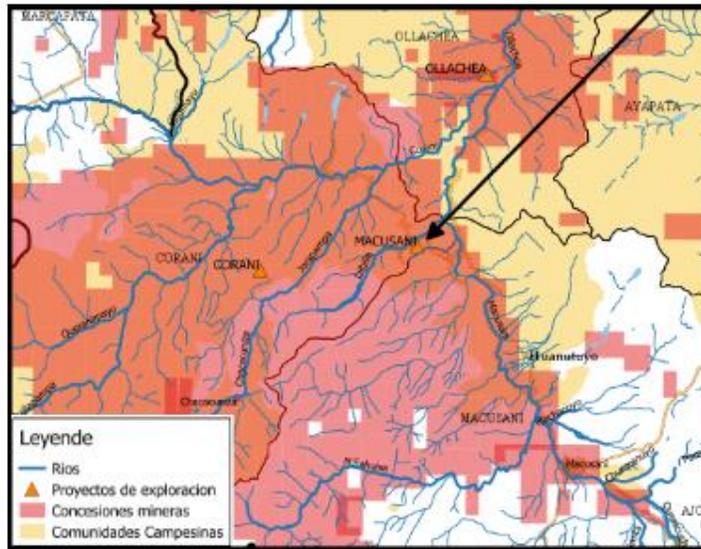
- Presentes en rocas, suelos, agua y plantas.
- Evaluación de riesgos radiológicos en y alrededor de minerales con altos niveles de radiación (uranio y tierras raras).

## Importancia en el Contexto Minero:

- Rocas ígneas (granito, charnockita) albergan minerales radiactivos.

## Impactos Ambientales y de Salud:

- Aumento de la radiactividad ambiental por extracción de minerales.
- Liberación de radiación alfa, beta y gamma. Necesidad de evaluar contenido elemental y de trazas de radionucleidos en rocas.



**Figura 2.** Mapa de la zona de estudio mostrando la región: PUNO, Provincia Carabaya, distrito Corani y los puntos de explotación. [2]

## Ubicación de la Muestra de Roca:

- Coordenadas UTM 252542, 8454307, zona 17S.
- Cerca de la zona de explotación en prospectiva.

## Desafíos y Preocupaciones:

- Territorios de comunidades campesinas y zonas de cabeceras de cuenca.
- Riesgos para la salud humana y el medio ambiente debido al contacto con litio y uranio.
- Marco legal limitado en el Perú para regular la explotación de minerales radioactivos.



**Figura 3.** Zona de muestreo y mineral obtenido

[2] MSc Roger Gonzales Aliaga (2019), *Geología Económica*, and Bach Alejandro Lopez Ramirez. Informe final del área de geología región puno



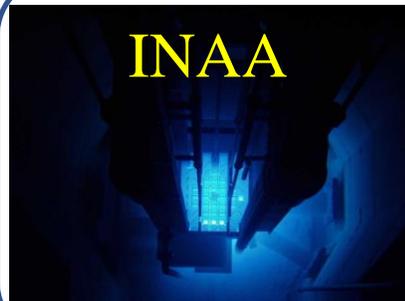
## Preparación de Muestra:

- **Molienda y Tamizado:**
  - Tamizado a diferentes mallas: 200  $\mu\text{m}$ , 80  $\mu\text{m}$  y 63  $\mu\text{m}$ .
  - Justificación: Conservación de propiedades in situ de los granos.
- **Formación de Pastillas:**
  - Preparación individual con 250 mg de roca molida y 50 mg de Licowax como aglutinante. 13x2 mm
- **Distribución para Análisis:**
  - 4 pastillas para NAA/tiempos cortos.
  - 4 pastillas para NAA/tiempos intermedios de 80  $\mu\text{m}$ .
  - 2 pastillas de 63  $\mu\text{m}$  y 2 de 200  $\mu\text{m}$ .



**Figura 4.** (a) Molida de la muestra del mineral (b) Pastillas prensadas para FRX junto (c) Pastillas para AAN con sus dos pastillas de MR (Material de referencia).

### Elemental



### Composición



### Trazas ambientales



A  
N  
Á  
L  
I  
S  
I  
S

D  
I  
S  
T  
R  
I  
B  
U  
C  
I  
Ó  
N

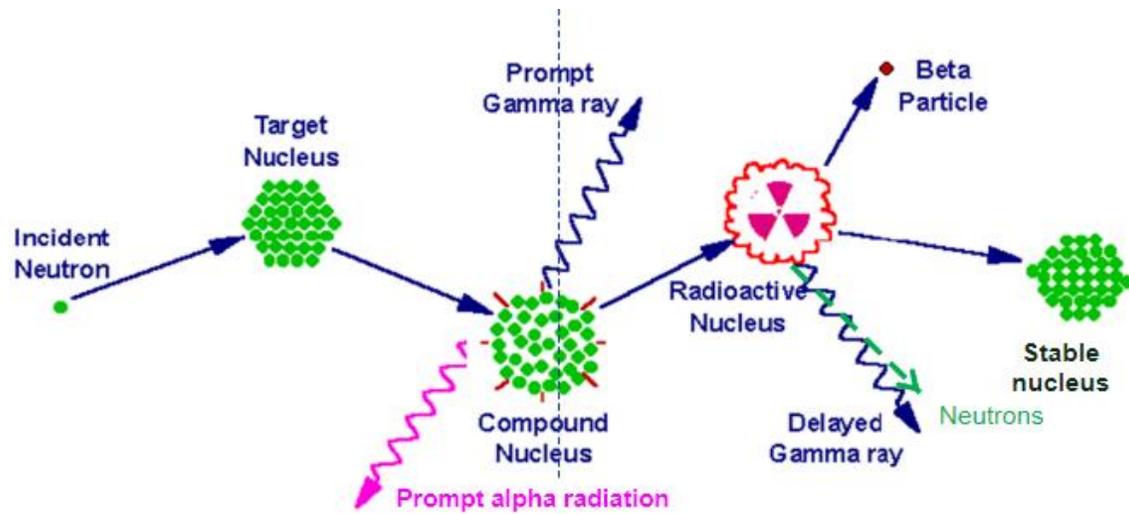


# Técnicas: Análisis instrumental por activación neutrónica(INAA)

Producción de isótopos radiactivos exponiendo las muestras a flujo de neutrones en el reactor RP-10 de Centro nuclear RACSO

$$p_a(ug/g) = \frac{N_p/t_c}{[SDCW]_m} * \frac{k_{0,Au}(m)}{k_{0,Au}(a)} * \frac{G_{th,m}*f + G_{e,m}*Q_{0,m}(\alpha)}{G_{th,a}*f + G_{e,a}*Q_{0,a}(\alpha)} * \frac{E_{p,m}}{E_{p,a}} * 10^6$$

**Método k0**



**Figura 5.** Efecto de la incidencia de neutrones al núcleo objetivo, emisión de radiactividad en forma rayos gamma. [3]

$N_p$ : Área neta

$t_m$ : Tiempo de conteo o tiempo de medición

$k_0$ : Constantes  $k_0$  del elemento (a) y del monitor o patrón (m).

$E$ : Eficiencia para el elemento (a) y del patrón (m).

$G_{th}$ : Autoabsorción de neutrones térmicos

$G_e$ : Autoabsorción de neutrones epitérmico

$Q_0$ : Relación de la sección transversal de resonancia a 2200 ms<sup>-1</sup>

$f$ : Relación del flujo térmico y epitérmico

$S = 1 - e^{-(t_{irrad} * \lambda)}$  Factor de saturación

$D = e^{(-\lambda * t_d)}$  Factor de decaimiento

$C = \frac{1 - e^{(-t_m * \lambda)}}{t_m * \lambda}$  Factor de conteo o medición

$$A_{sp}(a, m) = \frac{N_p/t_c}{SDCW}$$

**Patron/monitor: <sup>197</sup>Au**

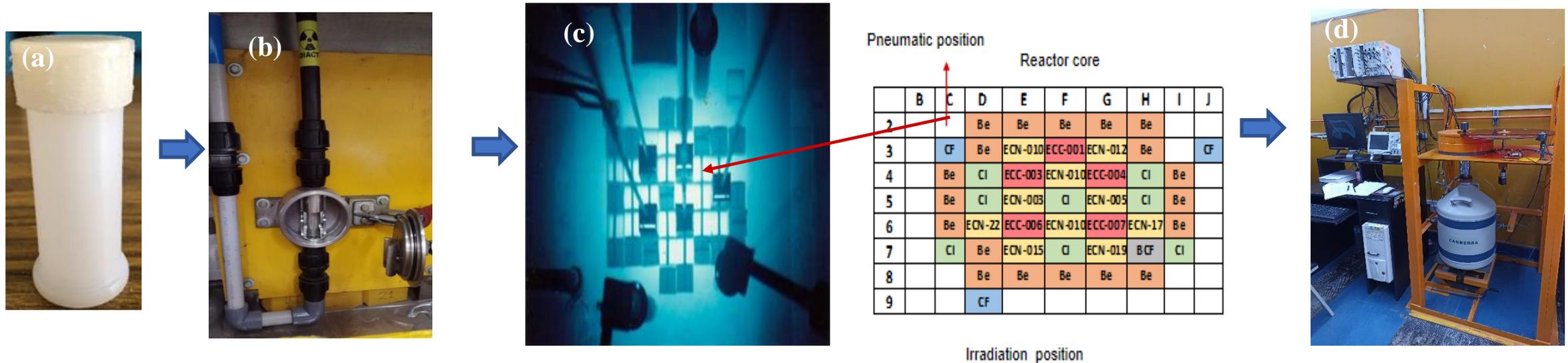
$$Q_0(a) = \left[ \frac{Q_0 - 0.429}{\hat{E}_r^\alpha} + \frac{0.429}{(1 + 2\alpha) * 0.55^\alpha} \right]$$

$\hat{E}_r^\alpha$ : Energía de resonancia

[3] Hamidatou, L., Slamene, H., Akhal, T., & Zouranen, B. (2013). Concepts, instrumentation and techniques of neutron activation analysis. *Imaging and Radioanalytical Techniques in Interdisciplinary Research-Fundamentals and Cutting Edge Applications*, 141-178.



# Técnicas: Análisis instrumental por activación neutrónica(INAA)



**Figura 6.** (a) Can de polietileno donde van las muestras, (b) sistema neumático de envío al reactor, (c) Reactor en potencia y ubicación de muestras para irradiación y (d) Sistema de medición GeHp

**Cuadro 1: Características de irradiación y condiciones de conteo**

| Elementos  | Vida media | Peso (mg) | Flujo de irradiación ( $cm^2 s^{-1}$ ) | Tiempo de irradiación (s) | Tiempo de decaimiento(s) | Tiempo de conteo(s) |
|--|------------|-----------|--|---------------------------|--------------------------|---------------------|
| Al, Ba, Ca, Dy, K, Mn, Na, Ti, V                           | Corto      | 300       | 5,67E+16                               | 60 s                      | 60 s                     | 600                 |
| As, La, Nd, Sm, U, Yb                                      | Medio      | 300       | 2,24E+16                               | 900 s                     | 3-4 d                    | 4000                |
| Ce, Co, Cr, Eu, Fe, Hf, Ni, Sb, Sc, Sr, Ta, Tb, Th, Zn, Zr | Largo      | 300       | 2,24E+16                               | 900 s                     | 7-10 d                   | 10000               |



# Técnica: Fluorescencia (FRX) Y Difracción de Rayos X (DFX)



**Figura 7.** (a) Pellet del mineral y (b) Equipo de FRX.

## Equipo:

- AMPTEK Experimenter's Kit con rayos X y ánodo de Ag.
- Detector SDD123 (40KV, 80 uA).

## Funcionamiento:

- Controlado por microprocesadores.
- Tiempo de medida: 3000 segundos.
- Uso de polvo de muestra prensado.

## Software SPECTRA:

- Selecciona condiciones y parámetros.
- Aplica ecuaciones de calibración.

## Difractómetro MINIFLEX RIGAKU:

- Tubo de Cu con voltaje de 30kV y 15mA.
- Medición de roca molida a 63  $\mu\text{m}$  durante 3600 s.

## Consideraciones de Medición:

- Cobertura de roca molida sin rugosidad.



**Figura 8.** Equipo de DFX.



## Equilibrio Secular Radiactivo:

Alteración cuando el radionucleido padre o sus productos de desintegración entran o salen del sistema isotópico.

## Factores a Considerar:

- Periodo de semidesintegración del radionucleido hijo.
- Geometría de medida

## Medición y Cálculos:

### Energías Utilizadas:

- Ver Cuadro 2.

### Incertidumbre Estándar:

- Conforme a la ISO/CEI 98-1:2009.

### Procedimiento:

- Muestra tamizada a 200  $\mu\text{m}$  con masa de 0,117 kg.
- Sellada herméticamente en envase petri de acrílico.
- Reposo de 45 días para establecer equilibrio secular.

### Medición Espectroscópica:

- Tiempo de aproximadamente 154000s, siguiendo normas ISO 18589-3:2015(E).
- Material de referencia IAEA-447 y IAEA-412.

Cuadro 2: Energías que intervienen en el cálculo de actividad de radionucleidos

| Radionucleidos | Energía(keV) | Cálculo de: |
|----------------|--------------|-------------|
| Th-234         | 63,3         | U-238       |
|                | 92,3         | U-238       |
| Pb-212         | 238,63       | Th-232      |
| Pb-214         | 295,224      | Ra-226      |
|                | 351,9        | Ra-226      |
| Bi-214         | 1764,49      | Ra-226      |
|                | 609,31       | Ra-226      |
| Ac-228         | 911,19       | Th-232      |
|                | 968,96       | Th-232      |
| Pa-234m        | 1001,026     | U-238       |
| K-40           | 1460,82      | K-40        |

## Ecuación de Cálculo de Actividad por unidad de masa:

$$a = \frac{n_{N,E} / t_g}{P_E \cdot \varepsilon_E \cdot m \cdot f_E}$$

$$n_{N,E} = n_{g,E} - n_{b,E}$$



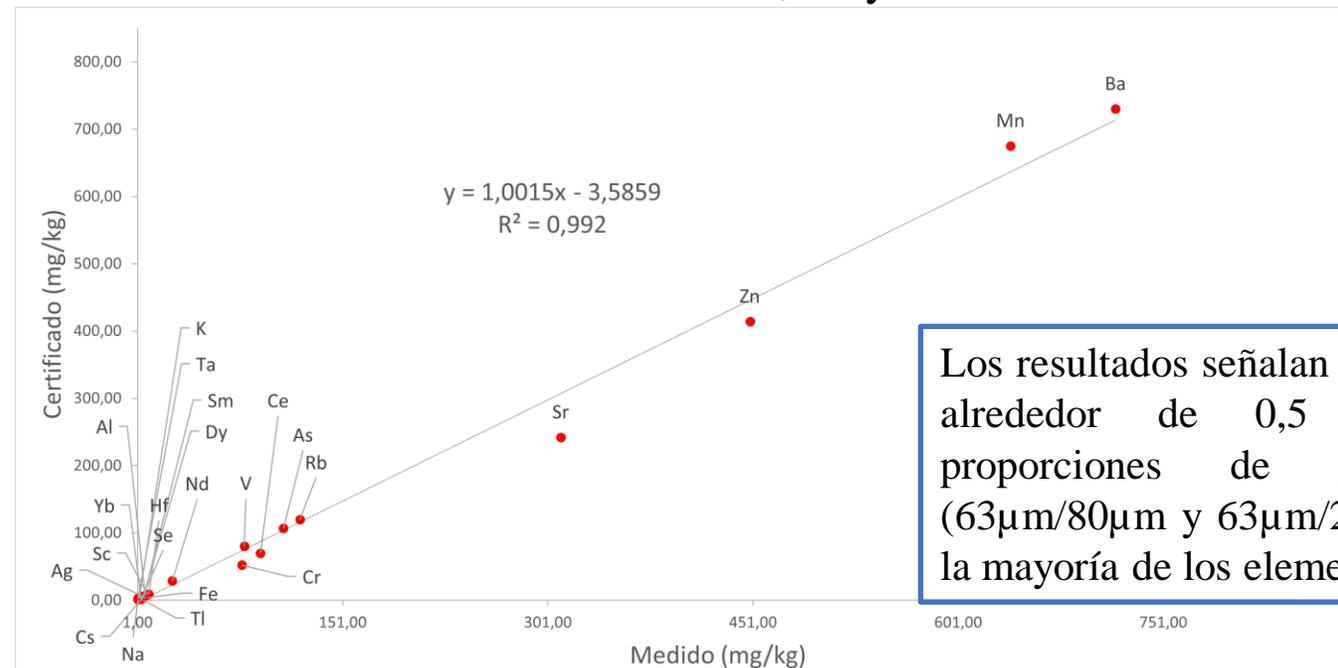
# Resultados: INAA

Cuadro 3: Concentraciones, incertidumbre, límite de detección y cuantificación de cada elemento evaluados.

| Elementos | Concentraciones    | LQ      | LD     |
|-----------|--------------------|---------|--------|
| Al        | 9,59 ± 1,09 %      | 0,11    | 0,03   |
| Mn        | 822 ± 93 mg/kg     | 10,05   | 3,09   |
| Ti        | 466 ± 286 mg/kg    | 2479,21 | 764,70 |
| Dy        | 2,72 ± 0,98 mg/kg  | 8,52    | 2,70   |
| Sm        | 1,49 ± 0,27 mg/kg  | 2,36    | 0,76   |
| U         | 14,98 ± 3,65 mg/kg | 29,61   | 9,53   |
| W         | 75,3 ± 8,7 mg/kg   | 14,89   | 4,78   |
| La        | 3,75 ± 0,49 mg/kg  | 1,79    | 0,56   |
| As        | 81,08 ± 9,25 mg/kg | 6,32    | 2,01   |
| Sb        | 5,40 ± 0,71 mg/kg  | 2,81    | 0,89   |
| Sc        | 1,11 mg/kg         | 2,605   | 0,828  |
| Na        | 1,13 ± 0,13 %      | 0,004   | 0,001  |
| K         | 2,84 ± 0,33 %      | 0,27    | 0,08   |
| Ga        | * mg/kg            | 71,04   | 22,29  |
| Ce        | 11,88 ± 2,11 mg/kg | 11,22   | 3,62   |
| Cr        | 12,84 mg/kg        | 19,56   | 6,29   |
| Th        | 3,33 ± 0,44 mg/kg  | 1,53    | 0,49   |
| Hf        | 1,85 ± 0,29 mg/kg  | 1,28    | 0,41   |
| Cs        | 311 ± 35 mg/kg     | 15,155  | 4,755  |
| Rb        | 0,16 ± 0,02 %      | 0,004   | 0,001  |
| Fe        | 0,49 ± 0,06 %      | 0,07    | 0,02   |
| Zn        | 134 ± 18 mg/kg     | 37,05   | 11,33  |
| Ta        | 35,83 ± 3,76 mg/kg | 0,99    | 0,30   |
| Co        | 0,59 mg/kg         | 1,01    | 0,29   |

\* Concentraciones menores a los límites de detección.

- **Jerarquía de Elementos Dominantes:** Al > K > Na > Fe > Rb > Zn > Mn.
- **Concentraciones Relevantes:**
  - Enriquecimientos significativos en Al, Rb, Fe, Mn, Na y K.
  - Contenidos notables de Cs, U y Th.
- **Interferencias en AAN:**
  - Correcciones por productos de fisión de uranio.
  - Cambios en concentraciones debido a interferencias.
  - Efecto en Elementos como Sm, La y Ce:

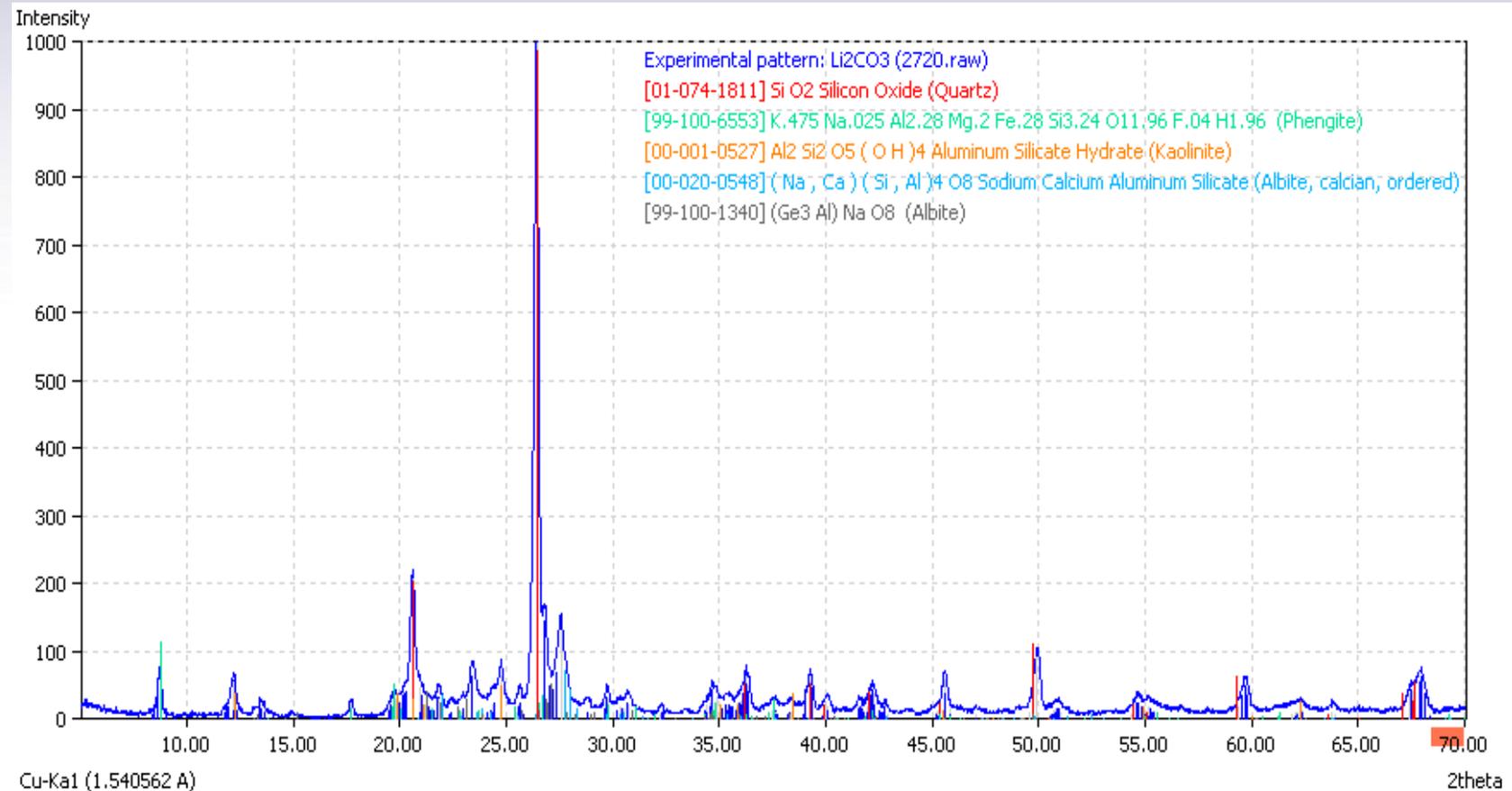


Los resultados señalan una relación alrededor de 0,5 entre las proporciones de granularidad (63µm/80µm y 63µm/200µm) para la mayoría de los elementos.

Figura 9. Linealidad de las concentraciones medidas con sus datos de certificado por cada elemento.



- Identificaron compuestos de cuarzo ( $\text{SiO}_2$ ) y **fengita** ( $\text{K}_{0,475}\text{Na}_{0,025}\text{Al}_{2,28}\text{Mg}_{0,2}\text{Fe}_{0,28}$ ). La revisión en Análisis de Activación Neutrónica (AAN) descartó el cuarzo debido a interferencias con la línea de alta energía de 482 keV con la energía de 487 de  $^{140}\text{La}$ .
- Los picos de difracción en 25, 21 y 50 de **fengita** fueron observados, con alrededor de 73 picos detectados por el software. Los resultados son preliminares y deben compararse con datos del Instituto Geológico, Minero y Metalúrgico (INGEMMET) para su validación completa.



**Figura 10.** Patrón de difracción de la muestra de roca.



# Resultados : FRX-Comparación con ANN

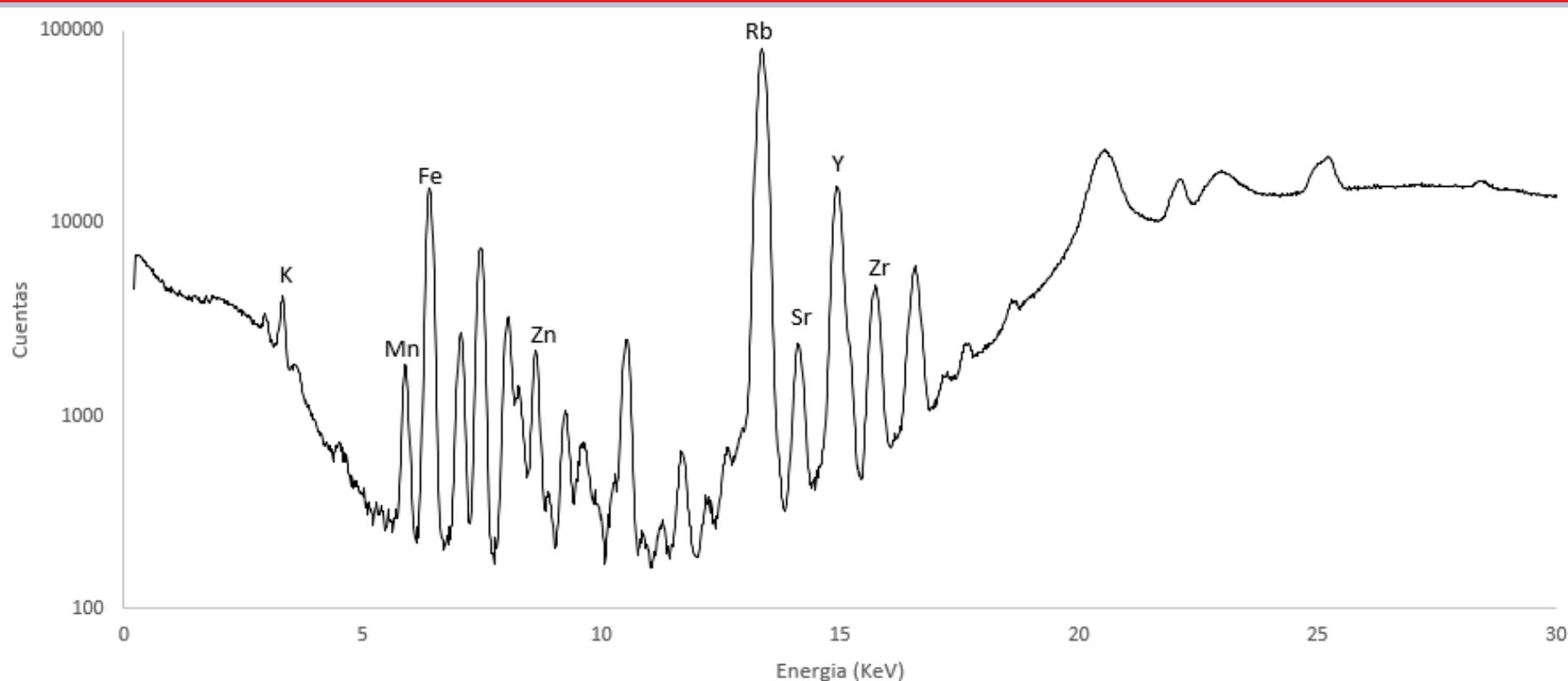


Figura 11. Espectro de Fluorescencia de Rayos X.

## Diferencias en Concentraciones:

- K muestra una diferencia del 14.22%.
- Rb presenta una diferencia del 20.13%.
- Mn tiene una diferencia aceptable del 2.68%.
- Zn muestra una diferencia del 3.84%.
- Fe tiene una variación mínima del 0.58%

## Elementos Clave:

- K: 24400 mg/kg
- Fe: 5314 mg/kg
- Rb: 1737 mg/kg
- Mn: 844 mg/kg
- Zn: 139 mg/kg



## Elementos adicionales calculados:

- Y: 187 mg/kg
- Sr: 38.33 mg/kg
- Nb: 89.43 mg/kg



# Resultados : Radiometría Gamma

Cuadro 5: Radioisótopos, Energías en KeV, Incertidumbre, Actividad y concentraciones en mg/kg.

| Radioisótopo | Energía (keV) | Actividad $\pm$ Uncert (Bq/Kg) | %U    | C. [mg/Kg] |          |
|--------------|---------------|--------------------------------|-------|------------|----------|
| Ra-226       | 186,21        | 319,67                         | 17,09 | 5,35       | 25,77    |
| Pb-212       | 238,63        | 12,05                          | 0,14  | 1,17       | 2,96     |
| Pb-214       | 295,22        | 166,36                         | 0,51  | 0,31       | 13,42    |
| Pb-214       | 351,90        | 177,34                         | 0,57  | 0,32       | 14,3     |
| Bi-214       | 609,31        | 151,66                         | 1,07  | 0,71       | 12,23    |
| Pa-234M      | 1001,03       | 194,68                         | 2,46  | 1,26       | 15,7     |
| K-40         | 1460,82       | 1027,23                        | 10,96 | 1,07       | 33790,35 |

Cuadro 6: Actividades y concentraciones de radionucleidos naturales

| Radionucleido | Act. (Bq/kg)        | C. [mg/Kg] |
|---------------|---------------------|------------|
| U-238         | 164,66 $\pm$ 10,96  | 13,28      |
| Ra-226        | 183,99 $\pm$ 2,58   | 13,32      |
| K-40          | 1027,23 $\pm$ 10,96 | 33790,35   |

## Cálculo y Nivel de Confianza:

- U calculada para un nivel de confianza del 95%.
- Factor de cobertura  $k = 2$ .
- Al alcanzar el equilibrio secular del Pb-214 tendremos el valor de U por consecuencia.
- La concentración de U entre AAN y Radiometría gamma son similares con una diferencia de 3.3%

## 226Ra y Medidas de Seguridad:

- 226 Ra con actividad de  $(183.99 \pm 2.58)$  Bq/kg.
- Concentración de aproximadamente 13 mg/kg.

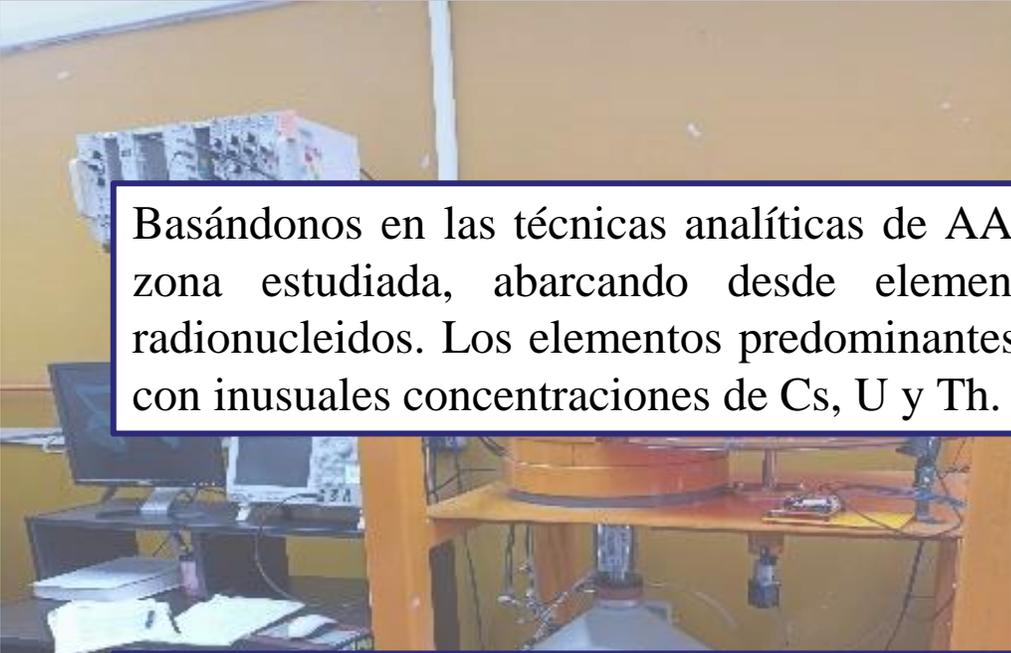
## Precauciones y Seguridad:

- Niveles comparativamente bajos de concentración de radón.
- Importancia de precauciones en el trabajo debido a riesgos asociados.[4]

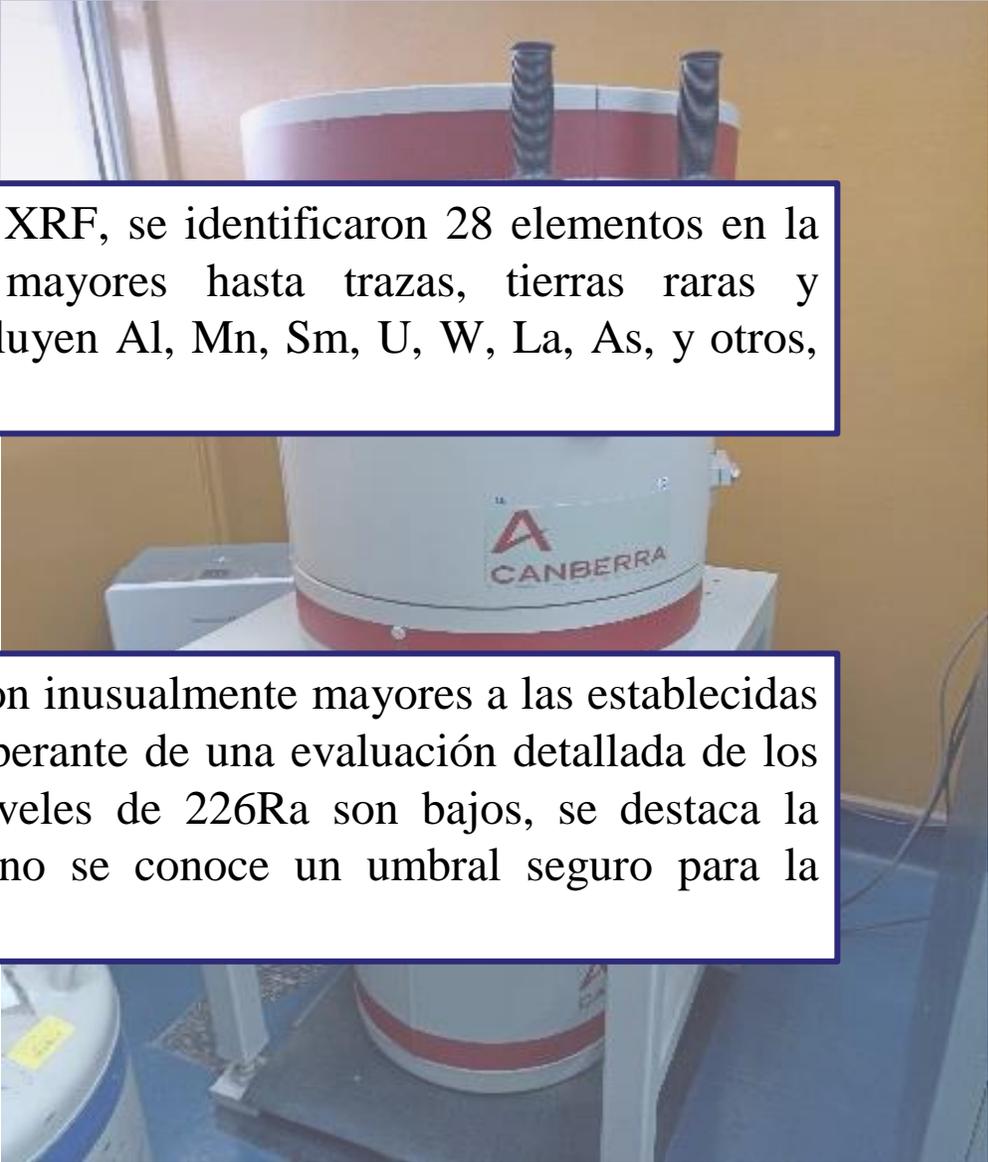
[4] World Health Organization. WHO handbook on indoor radon: a public health perspective. World Health Organization, 2009.



# Conclusiones



Basándonos en las técnicas analíticas de AAN y XRF, se identificaron 28 elementos en la zona estudiada, abarcando desde elementos mayores hasta trazas, tierras raras y radionucleidos. Los elementos predominantes incluyen Al, Mn, Sm, U, W, La, As, y otros, con inusuales concentraciones de Cs, U y Th.



Las concentraciones radiactivas de  $^{238}\text{U}$  y  $^{40}\text{K}$  son inusualmente mayores a las establecidas en promedio mundial, señalando la necesidad imperante de una evaluación detallada de los riesgos radiactivos en la región. Aunque los niveles de  $^{226}\text{Ra}$  son bajos, se destaca la importancia de precauciones laborales, ya que no se conoce un umbral seguro para la exposición al radón.

# ¡GRACIAS A TODOS!

Por esta oportunidad y experiencia.



lacongaphysics



Latin American alliance for  
Capacity buildiNG in Advanced physics

LA-CoNGA physics



Cofinanciado por el  
programa Erasmus+  
de la Unión Europea

El apoyo de la Comisión Europea para la producción de esta publicación no constituye una aprobación del contenido, el cual refleja únicamente las opiniones de los autores, y la Comisión no se hace responsable del uso que pueda hacerse de la información contenida en la misma.