Entre bastidores: Análisis científico de muestras tomadas en las inspecciones nucleares realizadas en el Iraq

Científicos de los laboratorios del OIEA en Seibersdorf han coordinado sus actividades de análisis con miras a documentar importantes conclusiones

por D.L. Donohue et R. Zeisler

Durante el pasado año, los inspectores del OIEA que investigan las capacidades nucleares del Iraq por mandato del Consejo de Seguridad de las Naciones Unidas aparecieron con frecuencia en los titulares de la prensa internacional. Menos visible, pero no menos importante, fue el trabajo realizado entre bastidores para documentar los resultados de las inspecciones nucleares sobre el terreno que afectuó el Equipo de Inspección de las Naciones Unidas y el OIEA.

En los laboratorios de investigación del Organismo en Seibersdorf, Austria, científicos y técnicos se han concentrado en la medición y el análisis de cientos de muestras recogidas durante las inspecciones. Entre esas muestras figuran materiales de frotis extraídos en distintos lugares del Iraq a fin de detectar posibles actividades nucleares no declaradas; muestras de compuestos de uranio y plutonio; muestras de materiales de construcción como grafito, acero y berilio; y muestras de suelos, vegetación, agua, rocas y minerales. *(Véase el cuadro en la página siguiente.)* Los resultados ayudaron a los inspectores a ubicar en mapas las actividades del programa nuclear iraquí, tanto las declaradas como las no declaradas.

Al estudiar las muestras, los científicos han aplicado una serie de técnicas analíticas complejas y sensibles a fin de obtener información sobre la composición química e isotópica de los elementos y compuestos. *(Véase el recuadro de las páginas 28 y 29).* Estas técnicas figuran entre las que se aplican corrientemente en los Laboratorios de Seibersdorf, que se establecieron hace 30 años para proporcionar apoyo científico a los programas del OIEA.

El Sr. Donohue es Jefe de la Dependencia de Análisis Isotópico del Laboratorio Analítico de Salvaguardias, y el Sr. Zeisler es Jefe de la Dependencia de Química del Laboratorio de Física, Química e Instrumentación, en los Laboratorios de Seibersdorf. Los autores agradecen los valiosos aportes que hicieron sus colegas al presente trabajo.

En el presente artículo se reseñan este esfuerzo científico coordinado y sus importantes resultados. En particular, se describe el análisis de muestras, fundamentalmente medioambientales y de materiales de construcción, exclusivas de las inspecciones del Iraq, y que requirieron la aplicación o creación de nuevos métodos analíticos y protocolos.

Protocolo de manipulación de las muestras

Los programas analíticos aplicados a las muestras de materiales no nucleares se crearon, en particular,

Un análisis mediante espectrometría de partículas alfa en Seibersdorf.

para satisfacer la necesidad de los inspectores de hacer mediciones rápidas y selectivas, sin aspirar a una precisión óptima. Lo usual era realizar una medición preliminar con las muestras para detectar la presencia de componentes importantes como uranio, plutonio o radionucleidos.

Esto se lograba mediante la espectrometría gamma de alto poder de resolución y la espectrometría por fluorescencia X basada en la dispersión de la energía (XRF). El primero de estos métodos tiene una elevada sensibilidad (niveles de nanogramo a microgramo) para los radionucleidos de período de semidesintegración relativamente corto, como es el caso de muchos productos de fisión y algunos isótopos de plutonio. Se utilizó la XRF para investigar la presencia de uranio y el límite de detección fue de alrededor de 1 microgramo por centímetro cuadrado. Cabe recordar que el uranio es un elemento que se manifiesta de modo natural y que su concentración en el suelo es de aproximadamente un microgramo por gramo. Esto provocó determinados problemas analíticos relacionados con los niveles "vacíos", sobre todo en las muestras medioambientales.

Tras realizarse las mediciones de exploración preliminares, se separaron las muestras que tenían un nivel elevado de uranio o plutonio para someterlas a análisis no destructivo y después a disolución y análisis químicos. La mayor parte de las muestras se trataron y disolvieron en la Dependencia de Química del Laboratorio de Física, Química e Instrumentación (FQI) de Seibersdorf con miras a reducir al mínimo el peligro de contaminación. Antes de proceder a la disolución, se enviaron muestras seleccionadas al Instituto de Energía Atómica de las Universidades Austríacas de Viena para que se midiera el contenido de flúor y cloro mediante análisis por activación neutrónica.

Los métodos que se aplicaron principalmente para determinar el contenido de uranio fueron el de fluorescencia óptica por excitación con láser y el de espectrometría de masas por disolución isotópica (IDMS). El uso de estos dos métodos independientes, junto con otros complementarios, resultó especialmente valioso para analizar los minerales de uranio provenientes de Al Qaim, como se explicará más adelante.

El tratamiento químico de las muestras que contenían uranio o plutonio dependió de la matriz: los materiales de frotis, contenidos en filtros de papel, se digirieron en ácido nítrico; los suelos, los minerales y las rocas se disolvieron en ácido nítrico/fluorhídrico; y los fragmentos de grafito o metal, cuya superficie se sospechaba que podía estar contaminada, se sometieron a lixiviación con ácido nítrico o clorhídrico. Algunas técnicas analíticas, como la espectrometría de masa por disolución isotópica, requirieron más etapas de procesamiento químico. Así pues, el análisis de una muestra podía abarcar mediciones con varias técnicas analíticas y un buen número de químicos y analistas. En general, durante 1991 se trataron en Seibersdorf casi 900 muestras tomadas en ocho inspecciones sobre el terreno en el Iraq. *(Véase el cuadro.)*

Muestras del Iraq tratadas en los Laboratorios de Seibersdorf en 1991

Inspección	Materiales no nucleares	Materiales nucleares
Primera	48	31
Segunda	35	0
Tercera	139	51
Cuarta	41	0
Quinta	49	61
Sexta	7	0
Séptima	139	141
Octava	6	105
Total	464	389

Mediciones requeridas

Categoría de la muestra	Tipo de muestra	Análisis requerido
Materiales no nucleares	Frotis	Presencia de U, Pu o radionucleidos
	Vegetación	
	Suelo	Cantidad de U, Pu
(Ambiental)	Escombros	Presencia de F, Cl
	Rocas, minerales	Isótopos de U, Pu
	Agua	Presencia de explosivos de gran potencia
(Materiales de construcción)	Grafito	Pureza, tipo o identidad
	Aceros	
	Berilio	
	Metales desconocidos	
Materiales nucleares	Metal de uranio	Cantidad de U, Pu
	Compuestos de uranio	Isótopos de U, Pu
	Compuestos de plutonio	Cantidad de polonio
	Polonio	Compuestos de U, Pu
	Desechos y restos de U, Pu	Oligoelementos en los compuestos de U

Algunos resultados de los análisis

Los resultados de los análisis proporcionaron una importante información al Equipo de Inspección de las Naciones Unidas y el OIEA, y, combinados con las observaciones formuladas por los inspectores que visitaron el Iraq, permitieron tener una comprensión más cabal de las actividades nucleares que se investigaban.

Evidencias de separación electromagnética de los isótopos de uranio. El descubrimiento de que el Iraq había venido utilizando el proceso de separación electromagnética de isótopos (EMIS) para enriquecer el uranio 235 sorprendió a muchos miembros de la comunidad científica. No fue hasta la tercera inspección, realizada en julio de 1991, que las autoridades iraquíes admitieron la existencia de ese programa y describieron en detalle la naturaleza de sus actividades.

La declaración iraquí contenía información sobre las importantes instalaciones de Tarmiya y Ash Sharqat, el número de separadores de isótopos (calutrones) que habían estado funcionando en Tuwaitha y Tarmiya, y la cantidad de uranio 235 que se había logrado separar. Se mostraron al equipo de

la tercera inspección algunas piezas de separadores de isótopos que habían sido desmantelados, destruidos y enterrados para tratar de ocultar este programa. Se llevaron a Seibersdorf algunos fragmentos de las fuentes de iones y de los colectores de los calutrones a fin de analizarlas. Además, se tomaron muestras de lotes de productos declarados que abarcan un enriquecimiento del uranio 235 a partir de uranio empobrecido (menos de 0,1% del peso) hasta cerca de 6% del peso.

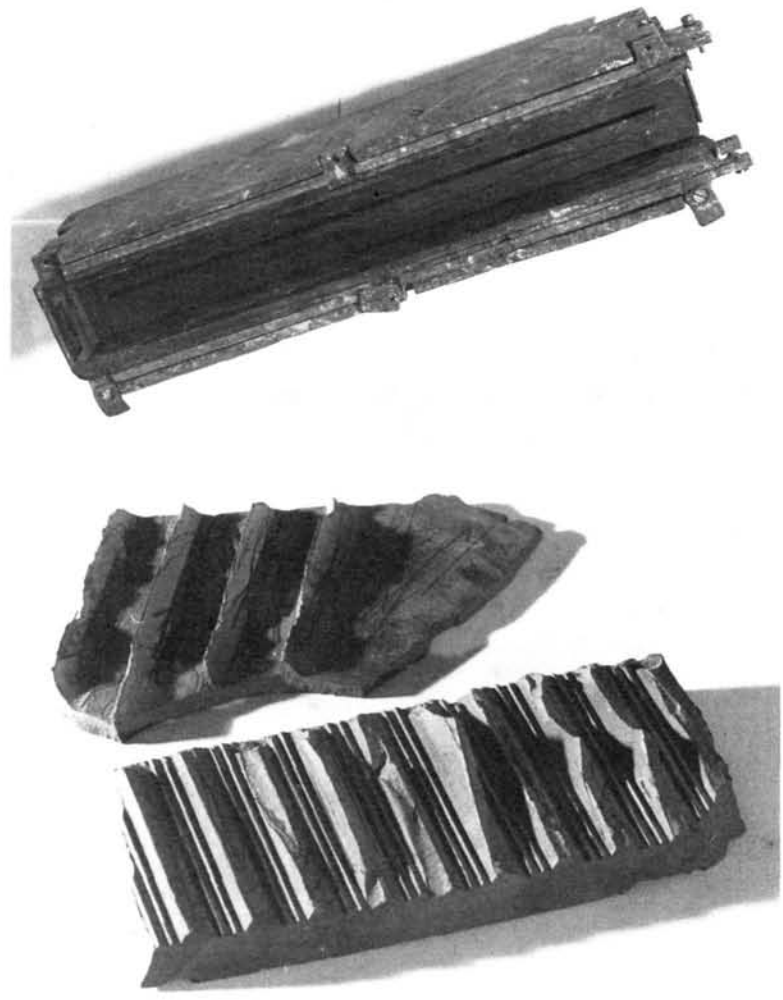
La fuente de iones y los fragmentos de colectores procedían de los calutrones de gran tamaño (1200 mm) que, según se declaró, habían estado en funcionamiento en Tarmiya. Estos trozos de grafito se rasparon con una cuchilla para obtener un gramo de polvo de la superficie, que después se lixivió en ácido nítrico para disolver el uranio. A continuación se hicieron mediciones isotópicas con un espectrómetro de masas en el Laboratorio Analítico de Salvaguardias de Seibersdorf (LAS).

Los resultados demostraron que las fuentes de iones muestreadas para el análisis contenían solo uranio natural. *(Véase el cuadro infra.)* De acuerdo con los datos obtenidos de los fragmentos de colectores muestreados, los enriquecimientos no excedieron del 6% aproximadamente.

La declaración iraquí incluyó cinco lotes de solución de nitrato de uranio obtenida mediante el proceso de EMIS en Tarmiya. Se afirmó que contenían varios cientos de gramos de uranio enriquecido con un nivel de uranio 235 de 3% a 6% del peso, así como otro material recobrado abundante en uranio 235 empobrecido o casi natural. Las soluciones se habían extraído de cinco tanques situados en Tarmiya y se habían enterrado en recipientes plásticos. Los inspectores del OIEA tomaron muestras de todos los recipientes, y las analizaron en el LAS mediante espectrometría de masas por ionización térmica para determinar la composición isotópica, y mediante espectrometría de masas por disolución isotópica para determinar el contenido de uranio.

De acuerdo con los resultados, la información isotópica coincide en gran medida con las declaraciones. Se combinaron los datos sobre la concentración con los volúmenes de la solución medidos en los recipientes para obtener la cantidad total de material presente. *(Véase el cuadro de la página 30.)*

Evidencias de la producción de plutonio. En julio de 1991 el Iraq había declarado un programa de reelaboración del combustible gastado para recuperar plutonio. Se obtuvieron aproximadamente 2,26 gramos de plutonio disolviendo un conjunto combustible gastado proveniente del combustible enriquecido al 10% que se había destinado al reactor de investigación soviético IRT-5000. También se supo que los iraquíes habían irradiado agujas de combustible de uranio natural en el reactor IRT-5000. De esta forma se produjeron otros 2,7 gramos de plutonio. Inspectores del OIEA tomaron muestras de todos estos materiales portadores de plutonio y las enviaron al LAS para su análisis inmediato. Se decidió que el método analítico más rápido sería el de espectrometría gamma de alto poder de resolución, el cual permitiría medir la abundancia de isótopos de plutonio (salvo el plutonio 242) y de americio 241. Con estos datos era posible inferir la fecha más reciente de tratamiento químico de las muestras, lo que dio un calendario aproximado de las actividades de irradiación y reelaboración que se realizaron. Las fechas de separación estimadas quedaron comprendidas entre octubre de 1988 y diciembre de 1990. *(Véase el cuadro de la página 30.)*



Entre las muestras analizadas figuraban fragmentos de materiales empleados en el programa de calutrones del Iraq para obtener uranio enriquecido: una fuente de iones (arriba) y fragmentos de un colector de grafito.

Resultados de las mediciones isotópicas efectuadas con fragmentos de calutrones

Muestra	Abundancia de ^{235}U (porcentaje del peso)	Observaciones
Fuente de iones 1	0,71	Uranio natural
Fuente de iones 2	0,71	Uranio natural
Colector 1-1	0,76	Ligeramente enriquecido
Colector 1-2	5,82	Enriquecido
Colector 1-3	4,76	Enriquecido
Colector 1-4	0,39	Ligeramente empobrecido
Colector 1-5	6,84	Enriquecido
Colector 2-1	0,06	Muy empobrecido
Colector 2-2	5,94	Enriquecido
Colector 2-3	4,22	Enriquecido
Colector 2-4	0,79	Ligeramente enriquecido

Técnicas aplicadas a las muestras iraquíes en el LAS

Método analítico	Medición — Salvaguardias
Epectrometría de rayos gamma de alto poder de resolución	Abundancia de isótopos de Pu Cantidad de ^{241}Am, ^{237}Np (presencia de radionucleidos)
Espectrometría de partículas alfa	Abundancia de ^{238}Pu (presencia de ^{210}Po)
Espectrométria por fluorescencia X	Análisis de elementos principales, secundarios y oligoelementos
Densitometría de discontinuidad K	Cantidad de U, Pu, Th y Np en soluciones
Híbrido de XRF y discontinuidad K	
Titulación potenciométrica McDonald/Savage	Cantidad de Pu en materiales nucleares puros
Titulación potenciométrica Davies/Gray modificada por NBL	Cantidad de U en materiales nucleares puros
Espectrometría de emisión óptica	Oligoelememento en compuestos de U
Espectrometría de masa por ionización térmica	Abundancias isotópicas de U, Pu
Espectrometría de masa por dilución isotópica	Cantidad de U y Pu en muestras pequeñas

Técnicas analíticas, capacidades, y apoyo

El análisis de las muestras tomadas durante las inspecciones realizadas en el Iraq se ha efectuado con la participación de dos dependencias de los Laboratorios del OIEA en Seibersdorf: el Laboratorio Analítico de Salvaguardias (LAS) y el Laboratorio de Física, Química e Instrumentación (FQI). La mayor parte del trabajo se hizo en la Dependencia de Análisis Químico y Análisis Isotópico del LAS y en la Dependencia de Química del FQI.

Proporcionaron apoyo también el Centro de Investigación (ARC) de Seibersdorf, el Instituto de Energía Atómica de las Universidades Austríacas de Viena, y un laboratorio comercial así como varios laboratorios analíticos gubernamentales de otros países. El ARC hizo mediciones rápidas de partículas alfa para el examen de muestras de material no nuclear a fin de detectar la presencia de uranio.

Se enviaron muestras de acero a un laboratorio metalúrgico comercial para que determinara su tipo y, por tanto, su utilidad en la fabricación de componentes para centrífugas de gas. Laboratorios gubernamentales de varios países aceptaron muestras con las que realizaron mediciones de gran sensibilidad y precisión; una de estas técnicas, que resultó muy útil, fue el análisis isotópico de partículas microscópicas que contenían compuestos de uranio casi puro.

Laboratorio Analítico de Salvaguardias (LAS). Durante años se han venido ampliando las capacidades analíticas del LAS con dos objetivos fundamentales:

- *El análisis de muestras obtenidas en las inspecciones ordinarias de salvaguardias y que contienen cantidades significativas de uranio o plutonio.* Esta capacidad para el análisis destructivo fuera del emplazamiento ofrece los más altos niveles de precisión y exactitud a la hora de detectar pérdidas acumulativas pequeñas de material salvaguardado (detección de defectos sistemáticos).
- *La aplicación de técnicas de análisis químico para realizar mediciones in situ, ya sea a cargo del sistema de salvaguardias del Estado o de los inspectores del OIEA.* En esta función el LAS actúa como centro de capacitación de inspectores y está en condiciones de asesorar al cuerpo de inspectores del OIEA acerca de los métodos analíticos que se emplean en las instalaciones salvaguardadas.

Para la labor en el Iraq, las técnicas seleccionadas para el primer tipo de análisis, el de las *muestras de inspecciones ordinarias de salvaguardia*, se escogieron por su alta precisión y exactitud, su selectividad para el uranio o el plutonio, y, en algunos casos, su sensibilidad (debido a los problemas que entraña la expedición de muestras grandes). *(Véase el cuadro.)*

Algunas técnicas, como la de espectrometría gamma de alto poder de resolución y la de espectrometría por fluorescencia X, son capaces de medir un gran número de isótopos o elementos. Por esta razón se utilizaron ampliamente para explorar muestras de materiales no nucleares, mientras que para las muestras de materiales nucleares se utilizaron técnicas analíticas de salvaguardia más tradicionales.

Laboratorio de Física, Química e Instrumentación (FQI). El FQI realiza una gran diversidad de mediciones en apoyo a los programas del OIEA. Sus actividades abarcan desde la medición de radionucleidos en el medio ambiente (como las que se hicieron para el Proyecto Internacional de Chernobil) hasta la formulación de normas de control de la calidad conforme al programa de Servicios para el Control de la Calidad de los Análisis (SCCA).

Para el examen preliminar y el análisis de las muestras obtenidas durante las inspecciones en el Iraq, el FQI disponía de una serie de técnicas de medición que, en términos generales, se dividen en métodos de análisis destructivo y no destructivo. *(Véase el cuadro.)* Son métodos no destructivos los siguientes:

Análisis por activación neutrónica (AAN). Este fue el método primario utilizado para determinar el contenido de flúor y cloro de las muestras obtenidas en inspecciones especiales. El AAN consiste en la irradiación de las muestras en un reactor nuclear para producir isótopos radiactivos de los elementos presentes, seguida de inmediato por un conteo del espectro de rayos gamma. Las intensidades características de las líneas de emisión de los rayos gamma permiten calcular la concentración de los elementos originales presentes. El AAN puede ser muy rápido, permite medir un gran número de muestras con un equipo automático y es esencialmente no destructivo.

Espectrometría gamma. Este método se usó ampliamente para determinar la radiactividad de las muestras y la presencia de uranio por encima del nivel de fondo, a saber, alrededor de un microgramo por gramo de muestra. También se midieron elementos que eran productos de fisión y que provenían de la reelaboración de combustible gastado en los reactores. Este método también tiene la ventaja de posibilitar el análisis rápido y no requiere una preparación complicada de las muestras. Otra ventaja es la amplia cobertura que ofrece para la detección de radionucleidos sin que se conozca de antemano la composición de la muestra.

Análisis por fluorescencia X. Ya se utilice para la excitación de una fuente radisotópica como el cadmio 109 o un tubo de rayos X, este método es

una técnica de exploración rápida que tiene un límite de detección del uranio de aproximadamente un microgramo por centímetro cuadrado. La mayor parte de los demás elementos de interés también puede medirse con este método (salvo los más ligeros), y ello lo hace ideal para determinar la composición de metales, polvos o soluciones. Se puede obtener información cuantitativa si se dispone de las normas apropiadas.

Entre las técnicas analíticas destructivas que se aplican en el QFI están las siguientes:

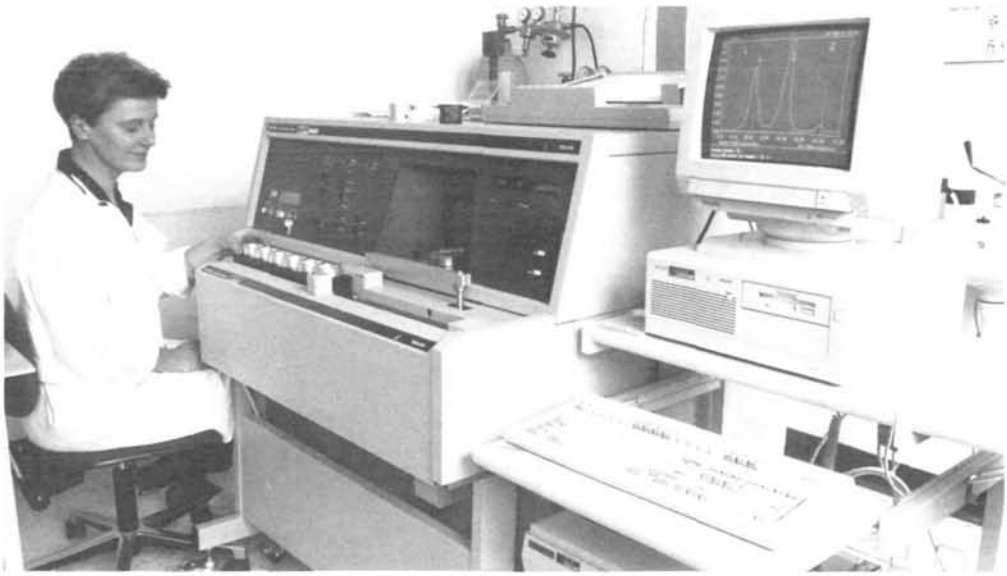
Fluorimetría láser. Este método ofrece el grado más alto de sensibilidad y exactitud en la determinación del uranio. Se basa en la fluorescencia óptica de los compuestos de uranio después de ser iluminados con láser ultravioleta. La preparación de la muestra para este tipo de medición consiste en reducir a cenizas el espécimen en una atmósfera de 500°C para eliminar todos los componentes orgánicos, y luego disolverlas en ácido nítrico caliente. En algunos casos es necesario separar químicamente el uranio de otros elementos que causan interferencia mediante un procedimiento de extracción con disolvente. La medición final mediante fluorimetría láser se realiza en un medio fosfatado para aumentar el efecto de la luminiscencia.

Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado por inducción (ICP—AES). Se usó esta técnica para obtener información sobre la concentración de uranio y muchos otros elementos en muestras disueltas. Se basa en la atomización y excitación de los átomos de la muestra en un plasma de argón a alta temperatura. Los átomos excitados emiten luz a longitudes de onda características para cada elemento. La intensidad de la emisión en una longitud de onda determinada de la medida de la concentración del elemento en la muestra original. Este método fue especialmente útil para medir los oligoelementos en muestras de agua tomadas de la piscina del reactor de investigación IRT-5000 del Iraq y de los estanques de almacenamiento de combustible agotado. La presencia de elementos del envainado del combustible en esas muestras indicaría corrosión o daño del combustible y tendría serias consecuencias. Los resultados de la ICP—AES, junto con las mediciones del pH y la conductividad, ofrecieron una imagen coherente de la integridad de las varillas de combustible en esos lugares.

Espectrometría de partículas alfa. Con esta técnica se realizaron algunas mediciones del plutonio en las muestras iraquíes, ya que tiene una sensibilidad y selectividad bastante altas para dicho elemento y el límite de detección es de menos de un nanogramo. La cantidad de plutonio presente se determina añadiendo un trazador de plutonio 236 en una cantidad conocida. Luego se acumula el espectro energético de partículas alfa utilizando un detector semiconductor de silicio y se miden las líneas de isótopos de plutonio 238, 239 y 240 y el trazador. En esta medición la presencia de uranio causa una interferencia mínima ya que su período de semidesintegración es más largo y la energía de partículas alfa que emite es menor.

Técnicas aplicadas a las muestras iraquíes en el FQI

Análisis no destructivo	
Método analítico	**Medición**
Análisis por activación neutrónica (AAN)	Cantidad de F, Cl, U y composición de los elementos
Espectrometría de rayos gamma	Cantidad de U y radionucleidos (productos de fisión)
Espectrometría por fluorescencia X	Cantidad de U y composición de los elementos
Conductividad y pH	Concentración iónica de las soluciones
Análisis destructivo	
Fluorimetría óptica por excitación con laser	Cantidad de U
Espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado por inducción	Cantidad de U y oligoelementos
Espectrometría de partículas alfa	Cantidad de U y Pu



El espectrómetro de fluorescencia X, una de las técnicas analíticas aplicadas a las muestras tomadas durante las inspecciones nucleares en el Iraq.

Resultados seleccionados de los análisis de las muestras recogidas en el Iraq

Mediciones de soluciones de nitrato de uranio

Muestra	^{235}U declarado (porcentaje del peso)	^{235}U medido (porcentaje del peso)	Concentración del U medido (mg/g)
Tanque 1-1	<0,1	0,088	0,781
Tanque 1-2	<0,1	0,094	0,787
Tanque 2-1	0,1 - 0,5	0,176	0,583
Tanque 2-2	0,1 - 0,5	0,176	0,581
Tanque 3-1	0,5 - 1,0	0,614	0,294
Tanque 3-2	0,5 - 1,0	0,614	0,295
Tanque 4-1	1 - 5	3,23	0,702
Tanque 4-2	1 - 5	3,26	0,130
Tanque 5-1	5 - 10	5,80	1,221
Tanque 5-2	5 - 10	5,81	0,647
Tanque 5-3	5 - 10	5,81	0,992
Tanque 5-4	5 - 10	5,80	0,517
Tanque 5-5	5 - 10	5,81	0,800

Anályisis isotópico del plutonio por espectrometría gamma de alto poder de resolución

Muestra	Abundancia de ^{235}Pu (porcentaje del peso)	Contenido de Pu (gramos)	Fecha de separación estimada
Combustible gastado-1	87,38	0,565	89/02
Combustible gastado-2	87,38	0,902	89/01
Combustible gastado-3	87,38	0,100	89/02
Combustible gastado-4	87,36	0,097	88/10
Natural-1	94,54	0,047	90/07
Natural-2	94,57	0,036	90/07
Natural-3	95,89	0,050	n/a
Natural-4	98,32	1,087	90/08
Natural-5	99,10	0,498	90/03
Natural-6	97,95	0,842	90/12

Determinación del uranio en minerales de fosfato

Muestra	Contenido de U por fluorimetría láser (ppm)	Contenido de U por IDMS (ppm)	Contenido de U por espectrometría de rayos gamma (ppm)
Mineral-1	63,8	56,7	61,5
Mineral-2	73,0	72,8	69,0
Mineral-3	84,5	—	87,7
Mineral-4	160,0	—	175,0

Análisis del acero fluorescencia X

Muestra	Concentración de elementos — porcentaje del peso						
	Fe	Cr	Ni	Mn	Mo	Co	Cu
1	47,4	18,8	25,7	1,1	4,7	0,2	1,1
2	67,5	15,2	12,2	1,4	2,2	0,2	0,3
3	67,0	16,0	11,8	1,5	2,1	0,3	0,3
4	64,6	16,6	13,4	1,5	2,7	0,2	0,2
5	64,8	16,2	13,3	1,5	2,8	0,1	0,3
6	64,8	16,2	13,3	1,5	2,8	0,1	0,3

Recuperación de uranio a partir de minerales de fosfato. Una gran parte de los materiales utilizados para obtener uranio con destino al programa de separación electromagnética de isótopos (EMIS) provenía de las minas de uranio de Al Qaim. Se puede estimar la cantidad de uranio obtenida tomando como base el peso del mineral elaborado y la concentración de uranio en esos minerales. Esta información representaría un límite máximo de la cantidad de materiales productores de uranio obtenidos localmente que estaban a disposición del programa de EMIS o de otros procesos en el Iraq.

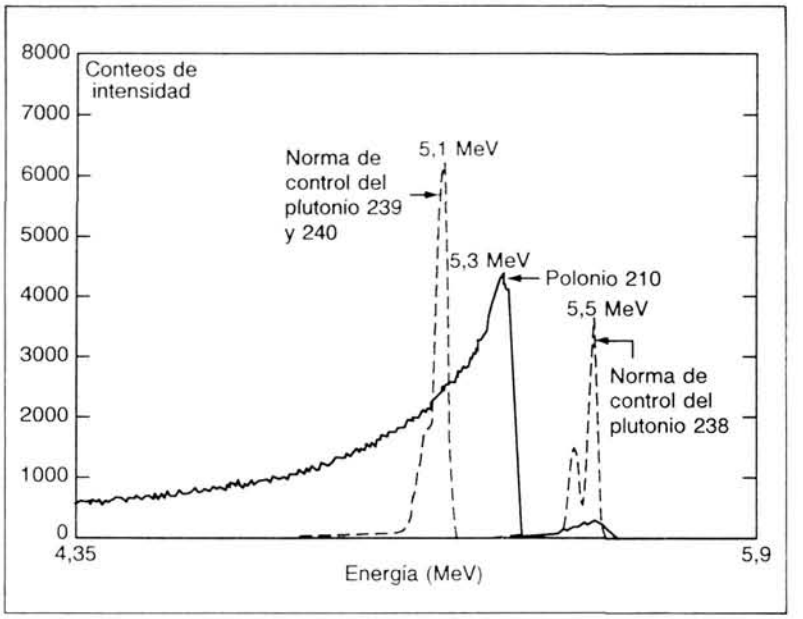
El equipo de inspección llevó a Seibersdorf varias muestras de minerales; el contenido de uranio se determinó mediante espectrometría de rayos gamma y, después de su disolución, mediante fluorescencia óptica por excitación con láser en el FQI y mediante espectrometría de masas por dilución isotópica en el LAS. Si se tiene en cuenta la baja concentración de uranio en las muestras, la concordancia entre las diversas técnicas es bastante buena. *(Véase el cuadro en la página 30.)*

Identificación de materiales de construcción. Durante las inspecciones, los equipos tomaron un grupo de muestras destinadas a investigar la naturaleza de algunos procesos industriales que se utilizaban en el Iraq y determinar su posible relación con una actividad nuclear clandestina. Ejemplos de este tipo de análisis fueron algunos fragmentos de acero que, según se sospechaba, habían sido utilizados para fabricar equipo de centrifugación de gas para el enriquecimiento de uranio. Se necesitan tipos de acero especiales (acero al níquel con bajo contenido de carbono) para hacer los rotores de las centrifugadoras de gas puesto que tienen que soportar tensiones muy fuertes. Estos aceros se pueden identificar por los elementos que los componen así como por sus propiedades metalúrgicas. Las muestras recibidas tenían forma de pequeños fragmentos irregulares y cada uno pesaba aproximadamente cinco gramos. Se midieron en el LAS mediante fluorescencia X basada en la dispersión de la longitud de onda.

Según los resultados, se encontraron tres tipos de acero, ninguno de los cuales era el acero especial que se usa para los rotores de las centrifugadoras. *(Véase el cuadro de la página 30.)*

Este tipo de análisis exploratorio puede proporcionar a los inspectores resultados rápidos que orienten sus actividades sobre el terreno con más eficacia. Se necesita un método como la fluorescencia X para estas mediciones porque la cobertura de elementos que brinda es amplia y las muestras se pueden medir directamente sin tratamiento químico.

Otra muestra investigada de esta forma fue un cilindro de metal gris pesado que medía unos 15 centímetros de largo, y 2,5 centímetros de diámetro, y se sospechaba que había sido utilizado en actividades de desarrollo relacionadas con armas nucleares. Los resultados demostraron que contenía 50% de tungsteno, de 20% a 25% de cobalto, de 1% a 2% de cobre, y de 1% a 2% de niobio. Sin embargo, estos elementos representaban en total solamente un 80%, lo que sugería que contenía otros elementos que no era posible medir. La fluorescencia X no puede medir los elementos más ligeros (por debajo del sodio, en este caso). El otro componente más probable es el carbono. En tal caso, el cilindro sería una varilla sinterizada de tungsteno-carburo en la cual se habría usado metal de cobalto como aglutinante. La densidad de la muestra (13,5 g/cm^3) también es compatible con esta interpretación. Estos materiales se utilizan corrientemente para hacer máquinas herramienta.



Espectro energético de las partículas alfa de una muestra de frotis

Detección de polonio 210. Los documentos que envió el sexto equipo de inspección revelaron que los iraquíes habían estado trabajando en generadores de neutrones radisotópicos para iniciar una reacción en cadena en un dispositivo nuclear explosivo. Estos generadores de neutrones se hacen con el isótopo de polonio 210 emisor de partículas alfa y con berilio. Así pues, la evidencia de polonio 210 en las muestras iraquíes arrojaría luz sobre la existencia de este programa y podría quizás indicar el lugar en que se habían realizado los trabajos. Una muestra de frotis tomada de una caja de manipulación con guantes que había sido extraída del Centro de Investigaciones Nucleares de Tuwaitha y enterrada en el desierto arrojó una actividad desusadamente alta de partículas alfa, de acuerdo con las lecturas de los medidores de la contaminación sobre el terreno. Se obtuvieron muestras de frotis y se enviaron a Seibersdorf, donde se determinó su espectro de energía de partículas alfa. Los resultados indicaron claramente un nivel máximo de 5,3 MeV en las muestras de frotis, lo cual era compatible con la energía esperada en partículas alfa procedentes de polonio 210. *(Véase el gráfico.)* Esta interpretación también quedó confirmada en pruebas realizadas por un laboratorio gubernamental.

Medición de muestras de agua tomadas en pozos de almacenamiento de combustible. Se confió al Equipo de Inspección de las Naciones Unidas y el OIEA la tarea de extraer del Iraq todo el combustible nuclear muy enriquecido, tanto sin irradiar como irradiado. Actualmente el combustible se encuentra en varios lugares: la piscina del reactor IRT-5000, y su estanque de almacenamiento de combustible gastado y 14 pozos situados en un lugar de almacena-

Mediciones de muestras de agua tomadas en pozos de almacenamiento de combustible

Muestra	pH	Mg (ppm)	Al (ppm)
1	8,0	47	0,03
2	7,9	57	<0,01
3	7,9	62	0,03
4	8,0	72	0,03
5	7,1	24	<0,01
6	7,7	52	0,04

miento en las afueras de Tuwaitha. Antes de proceder al traslado de este combustible, es de suma importancia saber si está corroído a tal punto que haya liberado productos de fisión en el agua que lo rodea. Se tomaron muestras de aproximadamente 100 mililitros en el emplazamiento del IRT-5000 y en la mayoría de los pozos, y se llevaron a Seibersdorf para analizarlas. Se investigó su radiactividad con espectrometría gamma en el LAS y el FQI, y después se hicieron mediciones del pH y análisis espectroscópico (espectrometría de emisión atómica de plasma acoplado por inducción) para determinar el contenido de oligoelementos y buscar indicios de corrosión del envainado (aluminio y magnesio). *(Véase el cuadro.)*

En estos casos no hubo evidencias de corrosión de los elementos combustibles, como podría haber ocurrido si el pH hubiera sido mayor de 10. En caso de corrosión, los niveles de concentración de magnesio y aluminio habrían aumentado en varios órdenes de magnitud. Si el núcleo de uranio del combustible se hubiera afectado, el agua contendría cantidades detectables de productos de fisión.

Lecciones aprendidas

En el transcurso del pasado año se comprobó que los laboratorios del OIEA en Seibersdorf poseen una gama de técnicas analíticas muy valiosas para la evaluación de los resultados de las inspecciones realizadas en el Iraq y para la planificación de las actividades complementarias. El valor de esos resultados analíticos también puede medirse por lo que no han encontrado, a saber, pruebas concluyentes de programas nucleares aún no declarados. En este sentido, se confía en la sensibilidad y selectividad de los métodos analíticos respecto del uranio, el plutonio y otros componentes importantes de las muestras. Estas capacidades analíticas, ya se empleen en Seibersdorf, en laboratorios comerciales o en institutos oficiales, dan cierta garantía de que un programa nuclear significativo no declarado pueda ser detectado.

Estas actividades de análisis han permitido extraer diversas experiencias entre las que se cuentan las siguientes:

- La importancia de celebrar consultas con los analistas antes de planificar las actividades de muestreo. Aquí el hincapié recae sobre la selección de métodos de muestreo y análisis para escoger los que mejor permitan llegar a una conclusión válida sin interferencias, lagunas ni resultados incorrectos.
- La importancia de usar métodos de muestreo que hayan sido bien ponderados (validados). Para ello debe tenerse en cuenta lo que se conoce de antemano sobre los requisitos y posibles problemas asociados a las técnicas que se aplicarán.
- La necesidad de seleccionar métodos analíticos que den resultados rápidos y fiables.
- La importancia de aplicar a los resultados métodos de inferencia que tomen en consideración las fuentes de error aleatorio y sistemático inherente a los datos. En muchos casos, esta incertidumbre analítica puede determinar la diferencia entre una conclusión correcta y una incorrecta.

Se llegó a una clara e importante conclusión general: fue una suerte para el OIEA contar con una amplia gama de técnicas analíticas y con el apoyo de una eficiente infraestructura científica y un personal técnico bien calificado. Sin esta capacidad analítica dentro del Organismo hubiera sido mucho más difícil coordinar el análisis de las muestras y se podrían haber producido demoras o conclusiones erróneas. Las demoras se habrían derivado de la necesidad de establecer o poner en funcionamiento una red de laboratorios analíticos que emplearan métodos bien comprobados y que estuvieran dispuestos a asumir un gran volumen de muestras con escaso aviso previo.

Por otra parte, no se debe subestimar la ventaja de que estas mediciones hayan sido realizadas por un organismo del sistema de las Naciones Unidas, en un laboratorio internacional y por un equipo internacional de científicos y técnicos. Esto es importante para establecer la independencia y la imparcialidad de los resultados, y, por tanto, para aumentar la credibilidad de las conclusiones.

Es muy posible que en el futuro haya que ampliar la experiencia adquirida hasta ahora y fortalecer las capacidades analíticas con que cuenta el OIEA para responder a las necesidades cambiantes.