

(1-13)

UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA

Incorporada a la U. N. A. M.
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS

*DETERMINACION CUANTITATIVA DE U, Th, Bi, Pb,
TI, POR EL METODO DE LA INTENSIDAD ABSOLUTA
DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X.*

T E S I S

Que para obtener el título de:

QUIMICO

p r e s e n t a:

TERESA SANCHEZ VARGAS.

INSTITUTO DE FISICA

MEXICO, D.F.

1963



BIBLIOTECA
JUAN B. DE OYARZABAL



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

29
*A mi tío, Sr Justo Sánchez
por el apoyo recibido.*

*A mi Madre con
cariño y respeto.*

*Con afecto a mis
tíos y primos.*

*Agradezco las facilidades que la "Comisión
Nacional de Energía Nuclear" me otorgó,
para el desarrollo del presente trabajo.*

*Expreso mi agradecimiento al Sr. Fisc.
Octavio Cano Corona por su valiosa ayuda.*

*A todos aquéllos que con sus consejos,
enseñanzas y estímulo, hicieron posible
la realización de mis aspiraciones.*

S U M A R I O

- I INTRODUCCION*
- II ANTECEDENTES*
- III METODO DE LA INTENSIDAD ABSOLUTA*
- IV OBTENCION DE LOS VALORES DEL FACTOR K PARA:
 URANIO, TORIO, BISMUTO, PLOMO, TALIO.*
- V DETERMINACION CUANTITATIVA DE TALIO EN MINERALES*
- VI DISCUSION Y CONCLUSION*
- VII BIBLIOGRAFIA*

CAPITULO I

INTRODUCCION.

El análisis cuantitativo por fluorescencia de rayos x, tiene numerosas ventajas sobre otros métodos de análisis pues se efectua con rapidez, exactitud y sin destruir la muestra; lo que permite hacer tantas repeticiones como se considere necesario con la seguridad de que no ha sido alterada la composición de aquélla.

En México cada vez se dispone de mayor número de aparatos de rayos x, de aquí la importancia que tiene el estudio y conocimiento de estos aparatos para la cuantificación de los elementos.

Un método apropiado para el análisis cuantitativo por fluorescencia de rayos x, es el de la intensidad absoluta desarrollado por Cano Corona y colaboradores (1962).

Este método tiene la característica de que las gráficas de análisis para un elemento dado (intensidad contra concentración) son líneas rectas; así que, una vez determinada la pendiente en la recta correspondiente a un elemento, su análisis cuantitativo puede realizarse de manera directa.

En el desarrollo de este trabajo, se han determinado las pendientes (los valores de K empíricas y K experimentales) de los elementos uranio, torio, bismuto, plomo y talio. La comprobación de la validez del método aquí descrito se hizo sólo para el talio puesto que para el uranio y el plomo ya había sido efectuado por Cano Corona y colaboradores (1962).

CAPITULO II

ANTECEDENTES.

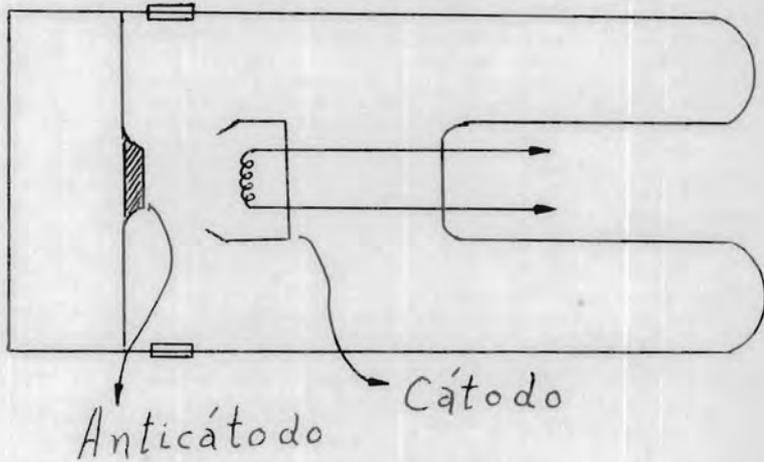
Los rayos x son una forma de radiación cuyo comportamiento puede explicarse mediante dos modelos ideales: el de ondas electromagnéticas y el de fotones. Supuestos como ondas electromagnéticas tienen longitudes de onda comprendidos entre la de los rayos gamma y la luz ultravioleta. No existe limitación precisa del intervalo de longitudes de onda que ocupan; para algunos investigadores es de 0.1 a 10^6 Å. En forma de fotones se imaginan como partículas transportadoras de energía que viajan a la velocidad de la luz y poseen cada uno de ellos una frecuencia asociada. Su energía E se expresa como:

$$E = h \nu \quad (1)$$

en donde h es la constante de Planck = 6.62×10^{-27} ergios por seg. y ν es la frecuencia en unidades de 1/seg.

Los rayos x se producen cuando electrones suficientemente veloces son frenados por la materia. Con propósito de aprovecharlos se producen en los tubos de rayos x. Estos son ampollas herméticas de vidrio donde se ha producido un alto vacío y contienen tres elementos metálicos conectados hacia el exterior. Uno de ellos es el cátodo que consiste en un tubo cilíndrico dentro del cual se encuentra otro, el filamento, que es un alambre delgado en el que se producen los electrones por efecto termoiónico al pasar por él una corriente que lo pone incandescente. Frente al cátodo hay una placa metálica que constituye el tercer elemento el cual se designa como anticátodo, o simplemente placa.

El cátodo y la placa están electricamente aislados, entre ellos mediante una fuente adecuada se producen una diferencia de potencial del orden de 50 Kv.



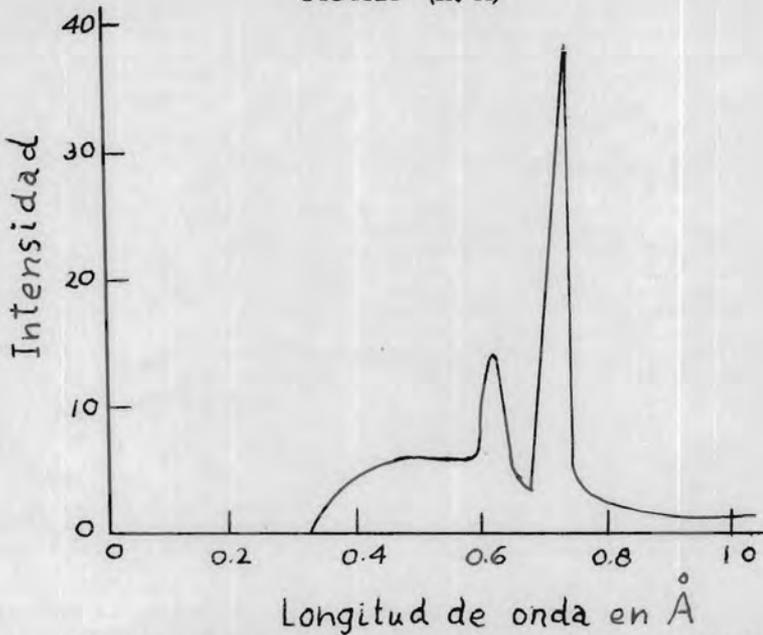
ESQUEMA DE UN TUBO DE RAYOS X.

Los electrones producidos en el filamento son acelerados a grandes velocidades por acción del campo eléctrico y chocan contra el anticátodo. Una parte de la energía de los electrones se convierte en rayos x.

Cuando se analiza la radiación producida por el tubo de rayos x se obtiene un diagrama semejante al que aparece en la figura (II. A) en el que se muestra la distribución de los rayos x, en forma de una curva continua. El eje de las abscisas registra la longitud de onda y el eje de las ordenadas la intensidad correspondiente.

A esta distribución se le llama espectro de emisión del material de la placa del tubo considerado.

FIGURA (II. A)



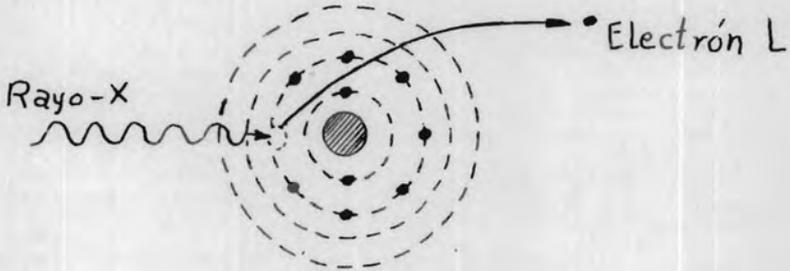
Como se advierte de la curva, la radiación puede considerarse com-

prendida en dos clases, la contenida en la parte más baja y extensa de la misma a la que se le llama espectro continuo; la que aparece en forma de dos picos, se designa espectro de líneas o discreto.

La causa del espectro de líneas de un elemento se ilustra en la figura (II. B) en donde, se muestra el desprendimiento de un electrón de la capa L debido al impacto de un fotón de rayos x. El lugar vacante en dicha capa es ocupado por otro electrón de una capa exterior tales como la capa M o la N.

Cuando el electrón que ocupa la vacante proviene de la capa M se puede obtener la línea L_{α} y cuando es de la capa N puede tener lugar la línea L_{β} .

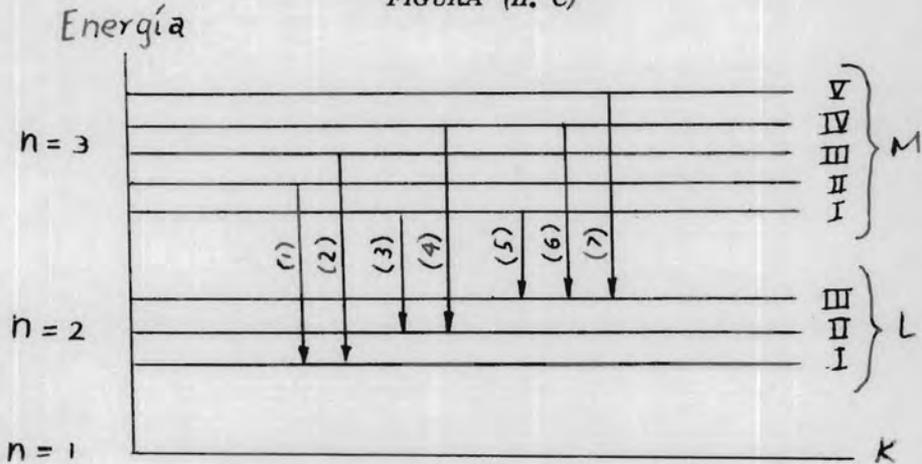
FIGURA (II. B)



Cada capa tiene varios niveles de energía, a saber: la capa K tiene solamente uno, la capa L tiene tres, la capa M cinco, etc. Pero no son siempre posibles todas las transiciones entre estos niveles.

En la figura (II. C) se muestra esquemáticamente la división de las capas K, L, y M y las transiciones posibles entre ellas para obtener las líneas de la serie L.

FIGURA (II. C)



las transiciones correspondientes son:

$$(1). - M_{II} - L_I$$

$$(2). - M_{III} - L_I$$

$$(3). - M_I - L_{II}$$

$$(4). - M_{IV} - L_{II}$$

$$(5). - M_I - L_{III}$$

$$(6). - M_{IV} - L_{III}$$

$$(7). - M_V - L_{III}$$

la última, o sea la número 7, interesa particularmente porque da origen a la línea $L\alpha_1$ de los elementos estudiados en este trabajo.

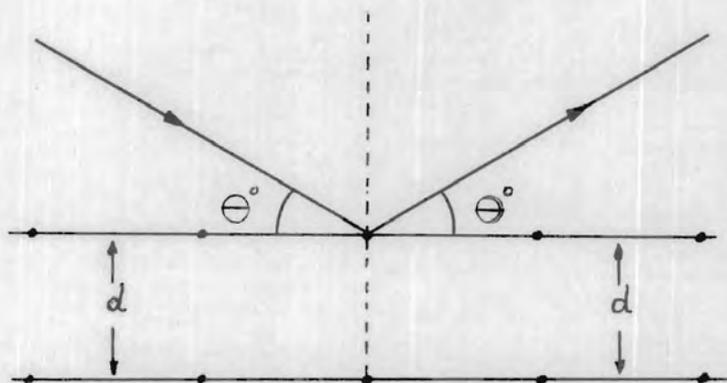
El método para efectuar análisis mediante un espectrógrafo de rayos x, (figura (II.D)), consiste en hacer llegar una radiación policromática a los elementos de una muestra. Los átomos irradiados fluorescen debido a la excitación primaria del tubo de rayos x produciendo sus diversas longitudes de onda características.

Los rayos x fluorescentes pasan por un colimador de láminas paralelas a su eje, con el objeto de formar con ellos un haz de rayos paralelos. De esta manera llegan a un cristal analizador de fluoruro de litio, que se encuentra en el centro de rotación del tubo contador. Este y el cristal efectúan movimientos de rotación tales que los ángulos determinados entre la dirección del haz de rayos x y el cristal por una parte, y la dirección del eje del contador y el propio cristal por la otra se mantengan iguales entre sí. El valor de dicho ángulo se designa por Θ y es el que satisface la ley de Bragg.

Dicha ley se expresa:

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta \quad (2)$$

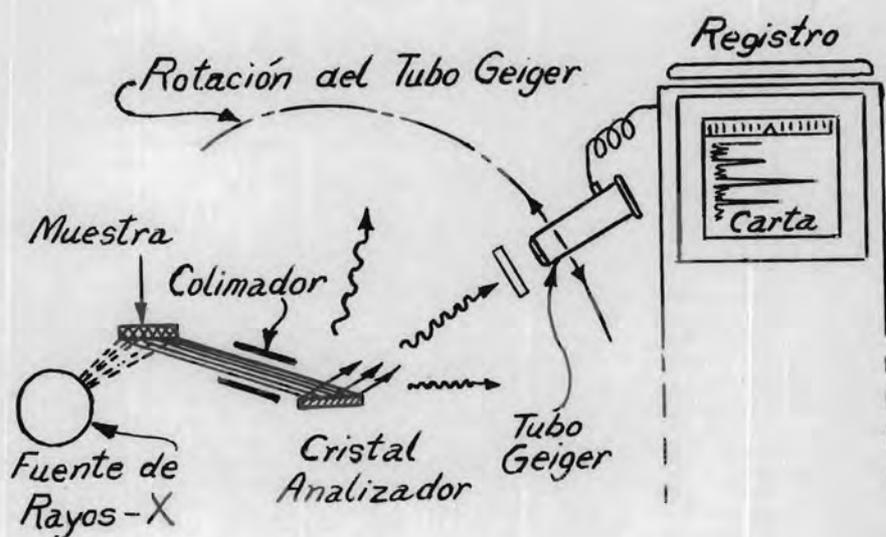
FIGURA (II. E)



en donde; λ es la longitud de onda; d es constante característica del cristal y es la distancia interplanar; θ es el ángulo formado entre el haz por analizar y la normal a la cara del cristal, ver figura (II. E); n es el orden de difracción con valores enteros, 1, 2, 3, etc.,.

Las longitudes de onda con los ángulos de difracción correspondientes (2θ), están tabulados para todos los diversos tipos de cristales analizadores utilizados en la práctica, Powers (1957). Cuando se trabaja con un espectrógrafo para análisis rutinario, basta conocer la longitud de onda hasta la segunda cifra decimal.

FIGURA (II. D)



Los espectros de rayos x consisten solamente en unas cuantas líneas características a diferencia de los espectros ópticos, que pueden estar formados hasta por miles de líneas; mediante el empleo de los primeros se evita la superposición de dichas líneas.

El cálculo del límite de sensibilidad del análisis espectral por rayos x es fácil de hacerse, puesto que depende de muchos factores, como por ejemplo: una matriz poco favorable; interferencia de elementos que pueden absorber las radiaciones características deseadas; etc.,. En casos muy favorables es posible determinar concentraciones de unas cuantas partes por millón. Estos casos pueden presentarse cuando elementos de peso atómico relativamente alto están acompañados de elementos constituidos por átomos livianos.

CAPITULO III

METODO DE LA INTENSIDAD ABSOLUTA,

El método de la intensidad absoluta es un procedimiento para efectuar análisis cuantitativos por fluorescencia mediante el espectrógrafo de rayos x. Se basa en la fórmula teórica:

$$I_a = \frac{I'_0 Q_a A N_a d\omega}{\mu'_{ea} \mu'_{fa} \csc \phi} \quad (3)$$

deducida por Beattie y Brissey (1954) quienes hicieron un cálculo teórico para la intensidad fluorescente que se mide mediante dicho espectrógrafo para la radiación emitida por el elemento "a" contenido en una muestra dada. En ella I'_0 es el valor adquirido por la función I de la distribución de las intensidades en el espectro de la radiación excitadora, para la longitud de onda de la arista de absorción λ_a del elemento "a"; Q_a es la probabilidad de excitación de la radiación fluorescente del elemento "a"; A es el área de la muestra que se expone a la radiación primaria; N_a es el número de átomos del elemento "a" por unidad de volumen; $d\omega$ es el ángulo sólido que limita el haz de la radiación fluorescente producido por la muestra, la que al ser difractada por el cristal analizador, entra en el tubo contador; μ'_{ea} es el coeficiente lineal de absorción de masa de la muestra para la radiación primaria; ϕ es un factor geométrico relacionado con el ángulo con el que el haz de radiación primaria incide sobre la muestra. Si designamos por ζ el ángulo formado entre la recta definida por el eje de un cono inclinado y el plano de la muestra,

entonces: $\alpha \doteq \csc \xi$; μ'_{fa} representa el coeficiente lineal de absorción de la muestra para la radiación fluorescente del elemento "a" considerado. El ángulo θ es el definido por la dirección del ángulo sólido $d\omega$ y el plano de la muestra.

Esta fórmula (3) se transforma (Cano Corona y colaboradores, (1962)) en:

$$Ir (\mu_{ea}^* + \mu_{fa}^*) = \left(\frac{\mu_{eP}^*}{C_P} + \frac{\mu_{fP}^*}{C_P} \right) Ca \quad (4)$$

en donde:

$$Ir = \frac{I_a}{I_P} \quad (5)$$

I_a es la intensidad fluorescente que se mide para la radiación del elemento "a", empleada en el análisis; e I_P es la intensidad medida en idénticas condiciones para un óxido o un compuesto sencillo del elemento "a"; μ_{ea}^* es el coeficiente de absorción de masa de la muestra para la radiación con longitud de onda igual a la de la arista de absorción del elemento "a" para la transición atómica involucrada en el proceso que dá origen a la radiación fluorescente del elemento utilizado en la determinación; μ_{fa}^* es el coeficiente de absorción de masa de la muestra para la misma radiación del elemento "a".

Los términos $\frac{\mu_{eP}^*}{C_P}$ y $\frac{\mu_{fP}^*}{C_P}$, son respectivamente

los coeficientes de absorción de masa del compuesto de "a", por unidad de porcentaje del elemento "a" en dicho compuesto, para la radiación de la aris-

ta de absorción y la radiación fluorescente del elemento ya citado. Estos coeficientes se designarán en lo que sigue, con el nombre de coeficientes de absorción de masa específicos. Sus valores son característicos del átomo del elemento "a" y son constantes.

Si se escribe:

$$\frac{\mu^*_{eP}}{C_P} + \frac{\mu^*_{fP}}{C_P} = K \quad (6)$$

y se define la intensidad absoluta para la radiación especificada del elemento "a" de una muestra dada, como:

$$I_A = I_r (\mu^*_{ea} + \mu^*_{fa}) \quad (7)$$

y por otra parte se toma $C_a = C$, la ecuación (4) puede escribirse:

$$I_A = KC \quad (8)$$

que es una sencilla relación lineal entre la concentración y la intensidad absoluta.

Para aplicar la fórmula (8) a la práctica, es necesario tomar en cuenta que cuando se determina la intensidad de la radiación del elemento "a" se ha incluido la radiación de fondo, la que no ha sido tomada en cuenta en la teoría y es necesario considerarla ahora; si I es la intensidad total medida en el ángulo correspondiente; I_A es la intensidad fluorescente del elemento "a"; e I_f es la radiación de fondo, se tienen las relaciones:

$$I_r = I_a - I_f, \quad \text{despejando } I_a: \quad I_a = I - I_f$$

y por la ecuación (5):

$$I_r = \frac{I_a}{I_p} = \frac{I - I_f}{I_p} = \frac{I}{I_p} - \frac{I_f}{I_p}$$

La expresión (8) se transforma en:

$$I_A - I_{A0} = K C \quad (9)$$

En donde: $I_A = \frac{I}{I_p} (\mu^*_{ea} + \mu^*_{fa})$ es la intensidad absoluta correspondiente a la radiación total medida, e $I_{A0} = \frac{I_f}{I_p} (\mu^*_{ea} + \mu^*_{fa})$ es la intensidad absoluta correspondiente a la radiación de fondo.

MEDICION DE LOS COEFICIENTES DE ABSORCION DE MASA.

La determinación del coeficiente de absorción de masa puede obtenerse mediante el mismo espectrógrafo, haciendo que un haz de rayos x monocromático atraviese una porción pulverizada de la muestra y midiendo con el tubo contador, tanto la intensidad del haz incidente sobre la muestra como la del haz que la atraviesa.

El cálculo del coeficiente de absorción de masa se hace con base en la ecuación:

$$I = I_0 e^{-\mu^* m} \quad (10)$$

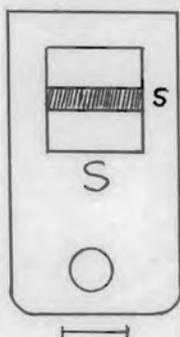
en la cual, I_0 representa la intensidad del haz de radiación incidente sobre la muestra, I es la intensidad del haz que la atraviesa; e es la base de los

logaritmos neperianos; μ^* el coeficiente de absorción de masa y m es la masa de la muestra atravesada. En la práctica no se determina estrictamente el valor del coeficiente μ^* , sino que sólo se logra determinar un número que es proporcional al mismo coeficiente, el cual será conocido también como el coeficiente de absorción de masa y designado mediante la misma notación salvo que con asterisco (*).

Para obtener el haz de rayos x monocromático se pone en el portamuestras del espectrógrafo un elemento químico o bien un compuesto sencillo de él, tal como un óxido y fijando el ángulo adecuado para el cristal analizador, se separa la línea $K\alpha_1$ o $L\alpha_1$ emitida por el elemento en cuestión. De esta manera se puede obtener un haz monocromático con la línea de emisión del elemento para el cual se realiza el análisis y hacer la determinación de los coeficientes de absorción de masa μ_{fa} y μ_{fp} ; o bien hacerla para la radiación de un elemento que tenga su línea de emisión muy cercana a la de la arista de absorción del elemento considerado; y en ese caso, el haz de rayos x permite obtener los valores de μ_{ea} y de μ_{ep} .

Pulverizada la muestra y debidamente homogeneizada, se acomoda llenando completamente la ventana rectangular de una placa planoparalela de hierro, las dimensiones de dicha ventana son 16 x 14 x 2 mm.; véase el área rectangular S de la figura (III, A). El polvo queda allí comprimido y es sostenido físicamente por una hoja de mailar que tapa uno de los lados de la ventana.

FIGURA (III. A)



La placa forma parte de los aditamentos del espectrógrafo y fué diseñada por el fabricante con el fin de limitar el haz de radiación fluorescente recibido por el tubo contador; su posición queda fijamente determinada frente al tubo porque entra en unos rieles que la colocan con su plano, perpendicular al eje del tubo y con su centro sobre el mismo eje.

Si se quiere determinar, por ejemplo, el coeficiente μ_{fa} es decir el de una muestra dada para una de las radiaciones fluorescentes características del elemento "a", se coloca en el portamuestras del espectrógrafo, el elemento "a" o bien un compuesto sencillo del mismo tal como un óxido. La unidad generadora se opera a condiciones elevadas de excitación, de 40 a 50 Kv; y se fija el ángulo en el goniómetro del cristal analizador para que el tubo tome la línea deseada. En estas determinaciones se emplea el tubo contador de centelleo porque es el que permite realizar mediciones de altas intensidades sin saturación apreciable.

Con el portamuestras vacío, puesto en su posición correspondiente frente al tubo, se hacen varios conteos por intervalos de un minuto cada uno y a partir de ellos, se calcula el valor de la intensidad fluorescente I_0 de la ecuación (10) la cual se expresa en pulsos / seg.

La muestra cuya absorción se quiere determinar, se coloca en la ventana de la placa portamuestras y se hacen dos determinaciones de la intensidad que la atraviesa, el promedio de esas dos mediciones expresado también en pulsos/seg., constituye el valor de I de la fórmula (10).

Las mediciones de I_0 e I se realizan en idénticas condiciones tanto de excitación de la unidad generadora como la posición angular del goniómetro del cristal analizador.

El material contenido en la placa portamuestras se pesa para determinar su masa, la cual se expresa por la literal M , En la fórmula (10) el símbolo m representa la masa atravesada por el haz de rayos x la cual no puede determinarse por no conocerse de manera precisa la sección del haz incidente sobre la muestra. De la ecuación (10) resulta:

$$\begin{aligned} \text{Ln } I &= -\mu^* m (\text{Ln } I_0) \\ \therefore \mu^* &= -\frac{I}{m} \text{Ln} \left(\frac{I}{I_0} \right) \end{aligned} \quad (11)$$

Si ρ es la densidad del polvo en el portamuestras, S el área de la ventana del mismo, s la sección del haz de rayos x , véase la figura (III, A) y t el espesor del portamuestras, se tendrá:

$$M = \rho S t$$

$$m = \rho s t$$

$$\therefore m = \frac{s}{S} M$$

Si se sustituye éste valor de m en la ecuación (11) y se expresa ésta en términos de logaritmos de base 10 resulta:

$$\mu^* = \left[\frac{S}{s} (\text{Ln } 10) \right] \left[- \frac{1}{M} \log \frac{I}{I_0} \right] = G \mu$$

en la cual G tiene un valor dado por:

$$G = \frac{S}{s} (\text{Ln } 10)$$

$$y \quad \mu = - \frac{1}{M} \log \frac{I}{I_0} \quad (12)$$

Este valor del coeficiente de absorción de masa que se emplea en el presente trabajo es éste, ya que depende de los valores que se determinan mediante el espectrógrafo. Este puede usarse en sustitución de los coeficientes μ^* de la ecuación (4) puesto que se elimina en sus dos miembros el factor multiplicativo G que relaciona ambos coeficientes.

DETERMINACION EXPERIMENTAL DE LOS VALORES μ_{ea} , μ_{fa} , $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$ y

$$\frac{\mu_{fP}}{C_P}$$

Las determinaciones de estos coeficientes se hicieron para los ele-

mentos: uranio, torio, bismuto, plomo, y talio. En todos los casos la línea del espectro de fluorescencia del elemento empleado fué la $L\alpha_1$. Esta como ya fué visto, tiene lugar en virtud de la transición entre los niveles M_V y L_{III} según la expresión:

$$L_{III} - M_V$$

y debe por tanto considerarse la energía asociada al nivel L_{III} para la determinación de los coeficientes μ_{ea} y $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$.

En la tabla (III. a) aparecen las energías de la arista de absorción de dichos elementos y las energías de las radiaciones $K\alpha_1$ de los elementos que se emplearon para determinar los valores de μ_{ea} y de estos $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$

TABLA (III. a)

ELEMENTO	LINEA L_{III}	LINEA $K\alpha_1$	ELEMENTO
uranio	17.163	17.478	molibdeno
torio	16.296	15.774	zirconio
bismuto	13.424	13.394	rubidio
plomo	13.040	13.394	rubidio
talio	12.657	13.394	rubidio

Los valores de los coeficientes $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$ y $\frac{\mu_{fP}}{C_P}$ se determinan

minan a partir de las gráficas que relacionan respectivamente μ_{ea} y

μ_{fa} respecto a la concentración del elemento, para conjuntos de muestras de concentración creciente del mismo.

Dichos valores se calculan a partir de las fórmulas:

$$\frac{\mu_{fP}}{C_P} = \frac{\Delta \mu_{fa}}{\Delta C(\%)}$$

y

$$\frac{\mu_{eP}}{C_P} = \frac{\Delta \mu_{ea}}{\Delta C(\%)}$$

Considerese la fórmula (9) la que se escribe de la manera siguiente:

$$I_A - I_{A0} = KC = \left(\frac{\mu_{eP}}{C_P} + \frac{\mu_{fP}}{C_P} \right) C$$

se ve de ella que el valor de K puede determinarse mediante dos procedimientos distintos, como:

$$K = \frac{\mu_{eP}}{C_P} + \frac{\mu_{fP}}{C_P} = K_{teo.}$$

que se designa como K teórica, y como la pendiente de la recta que se representa en la fórmula (9), es decir:

$$K = \frac{I_A}{C} = K_{emp.}$$

que se denomina empírica.

Una comprobación de la teoría podría hacerse comparando ambos valores de K determinados por los dos procedimientos señalados.

Esto se hizo para los elementos: uranio, torio, bismuto plomo y talio, antes mencionados.

CAPITULO IV

OBTENCION DE LOS VALORES DEL FACTOR K PARA -
RA: URANIO, TORIO, BISMUTO, PLOMO, TALIO.

Para comprobar el método de la intensidad absoluta descrita en el capítulo anterior, éste se aplicó a los elementos, uranio, torio, bismuto, plomo talio, en forma de sus respectivos óxidos. Para cada uno de ellos se prepararon tres series de muestras en distintas matrices, para las que se determinaron los valores de μ_{ea} , μ_{fa} , I_r , I_A así como $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$ y $\frac{\mu_{fP}}{C_P}$ por el procedimiento descrito en el mismo capítulo. La información pertinente a cada elemento aparece en las hojas subsecuentes. En cada caso los datos se dan en el orden que se enumera y explica enseguida:

1. - Muestras estándares. En esta parte se describe la estructura de las muestras estándares, es decir, la sal empleada del elemento, la matriz y la concentración del elemento.

2. - Condiciones de operación en la determinación de μ_{ea} , μ_{fa} , I_r , aquí se incluye la información sobre las condiciones de la unidad generadora, voltajes de operación del tubo de centelleo y las condiciones empleadas en el análisis de altura de pulsos.

3. - Tabla con los valores promedio de los resultados para cada una de las series. Se hicieron tres determinaciones para cada una de ellas.

4. - Tabla de los valores de I_A respecto de la concentración y promedio de las mismas.

5.- Gráfica para determinar $K_{emp.}$

6.- Tabla de los valores de $K_{teo.}$ y promedio de la misma.

En la parte final de éste capítulo en la página 37 aparece la tabla (IV. 1) que reúne los valores de $K_{emp.}$ y $K_{teo.}$ para los elementos estudiados. La gráfica 9 muestra la relación de $K_{emp.}$ y $K_{teo.}$ respecto del número atómico Z.

URANIO.

1 U.- Muestras estándares:

Serie (1):

Sal: óxido de uranio (UO_3)

Matriz de carbonato de litio, (Li_2CO_3).

% de uranio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .

Serie (2):

Sal: óxido de uranio, (UO_3).

Matriz de cuarzo.

% de uranio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .

Serie(3) :

Sal: óxido de uranio, (UO_3).

Matriz de carbonato de litio 50% y cuarzo 50%.

% de uranio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0

2 U. - Condiciones de operación:

Para radiación de uranio:

$2\Theta = 26.06$

voltaje del tubo de centelleo 700

sin el empleo del análisis de altura de pulsos.

40 Kv a 20 mA.

Para radiación de molibdeno:

$2\Theta = 20.25$

voltaje del tubo de centelleo 675

con el uso del análisis de altura de pulsos.

atenuación: 1

ventana: 1

amplitud: 6.8

40 Kv a 20 mA.

3 U. - Resultados: (promedios de tres determinaciones).

SERIE (1)

$\% U$	μfa	μea	I_r	I_A
10.0	1.63	2.62	0.9126	3.88
7.5	1.34	2.00	0.8780	2.92
5.0	1.23	1.40	0.7003	1.84
2.5	0.67	0.57	0.6151	0.94

$\% U$	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
1.0	0.505	0.315	0.4805	0.39
0.5	0.440	0.230	0.2574	0.17
0.0	0.380	0.165	0.0533	0.03

SERIE (1)

$\% U$	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
10.0	2.59	3.49	0.6554	3.98
7.5	2.35	2.82	0.6054	3.12
5.0	2.02	2.08	0.4911	2.01
2.5	2.75	1.33	0.3168	0.97
1.0	1.57	1.05	0.1757	0.45
0.5	1.50	0.925	0.0775	0.18
0.0	1.44	0.77	0.022	0.04

SERIE (3)

$\% U$	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
10.0	2.07	2.78	0.7798	3.79
7.5	1.80	2.23	0.7326	2.95
5.0	1.42	1.47	0.6271	1.81
2.5	1.16	0.82	0.4447	0.88
1.0	0.96	0.50	0.2463	0.36
0.5	0.95	0.48	0.2021	0.29
0.0	0.85	0.32	0.0318	0.03

4 U. - Promedios de I_A :

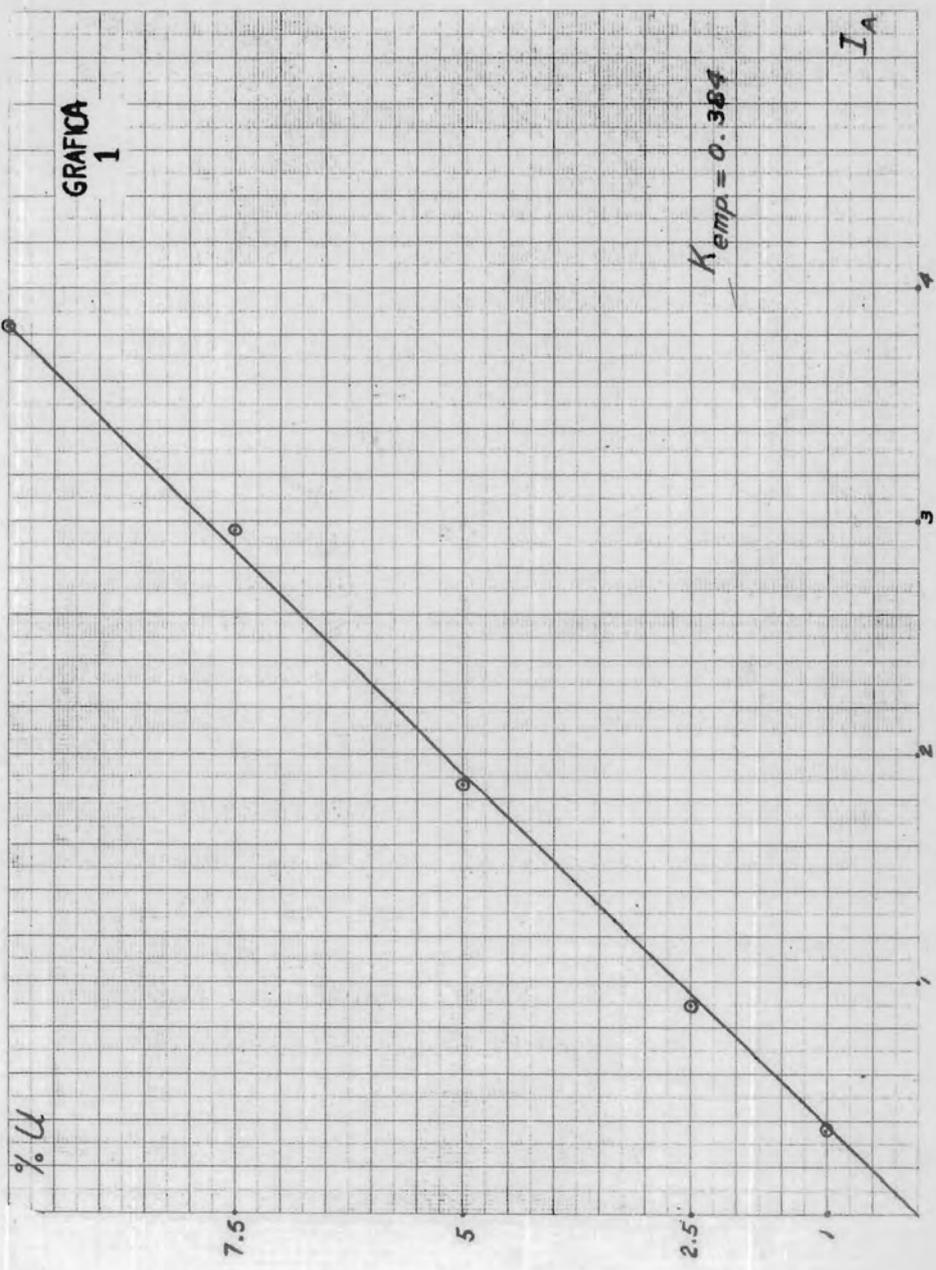
% U	SERIES			PROMEDIO
	(1)	(2)	(3)	
10.0	3.88	3.98	3.79	3.88
7.5	2.92	3.12	2.95	3.00
5.0	1.89	2.01	1.81	1.90
2.5	0.94	0.97	0.88	0.93
1.0	0.39	0.45	0.36	0.40
0.5	0.17	0.18	0.22	0.19
0.0	0.03	0.04	0.03	0.03

5 U. - Gráfica de $K_{emp.}$ (GRAFICA 1).6 U. - Valores de $K_{teo.}$ y promedio:

MATRIZ	$K_{teo.}$
carbonato de litio (Li_2CO_3)	0.38
cuarzo	0.38
carbonato de litio 50%, cuarzo 50%	0.376

$K_{emp.}$ PROMEDIO = 0.384

$K_{teo.}$ PROMEDIO = 0.38



TORIO*1 Th. - Muestras estándares:**Serie (1):**Sal: óxido de torio (Th O₂)**Matriz de carbonato de litio, (Li₂ CO₃).**% de torio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0**Serie (2):**Sal: óxido de torio (Th O₂).**Matris de cuarzo.**% de torio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .**Serie (3):**Sal: óxido de torio (Th O₂).**Matriz de carbonato de litio en 50%, y cuarzo en 50%.**% de torio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .**2 Th. - Condiciones de operación :**Para radiación de torio:**2 Θ = 27.38**voltaje del tubo de centelleo 750**sin el empleo del análisis de altura de pulsos.**40 Kv a 20 mA.*

Para radiación de Zirconio:

$2\theta = 22.32$

voltaje del tubo de centelleo 725

con el empleo del análisis de altura de pulsos.

atenuación: 2

ventana: 1

amplitud: 5.8

40 Kv a 20 mA.

3 Th. - Resultados : (promedios de tres determinaciones).

SERIE (1)				
% U	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
10.0	1.81	1.85	0.9098	3.33
7.5	1.48	1.42	0.8780	2.54
5.0	1.11	1.01	0.8186	1.73
2.5	0.73	0.635	0.6606	0.90
1.0	0.53	0.46	0.4291	0.42
0.5	0.48	0.405	0.2730	0.24
0.0	0.41	0.32	0.0490	0.03

SERIE (2)				
% U	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
10.0	3.10	2.93	0.8940	4.18
7.5	2.73	2.47	0.6219	3.23

% U	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
5.0	2.62	1.73	0.494	1.95
2.5	2.02	1.62	0.3345	1.25
1.0	1.83	1.40	0.177	0.57
0.5	1.91	1.44	0.1002	0.27
0.0	1.63	1.18	0.0224	0.06

SERIE (3)

% Th	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
10.0	2.37	1.97	0.7673	3.33
7.5	2.07	1.54	0.7222	2.60
5.0	1.73	1.15	0.6200	1.78
2.5	1.35	0.81	0.4520	0.97
1.0	1.12	0.62	0.2510	0.43
0.5	1.06	0.58	0.1529	0.25
0.0	0.99	0.50	0.0303	0.04

4 Th. - Promedios de I_A :

% Th	SERIES			PROMEDIO
	(1)	(2)	(3)	
10.0	3.33	4.18	3.33	3.61
7.5	2.54	3.23	2.60	2.79
5.0	1.73	1.95	1.78	1.82
2.5	0.90	1.25	0.97	1.05

% Th	(1)	(2)	(3)	PROMEDIO
1.0	0.42	0.57	0.43	0.47
0.5	0.24	0.27	0.25	0.25
0.0	0.036	0.06	0.04	0.05

5 Th. - Grafica de $K_{emp.}$ (GRAFI CA 2).

6 Th. - Valores de $K_{teo.}$ y promedio:

MATRIZ	$K_{teo.}$
carbonato de litio (Li_2CO_3)	0.29
cuarzo	0.29
carbonato de litio 50%, cuarzo 50%,	0.38

$K_{emp.}$ PROMEDIO = 0.359

$K_{teo.}$ PROMEDIO = 0.33

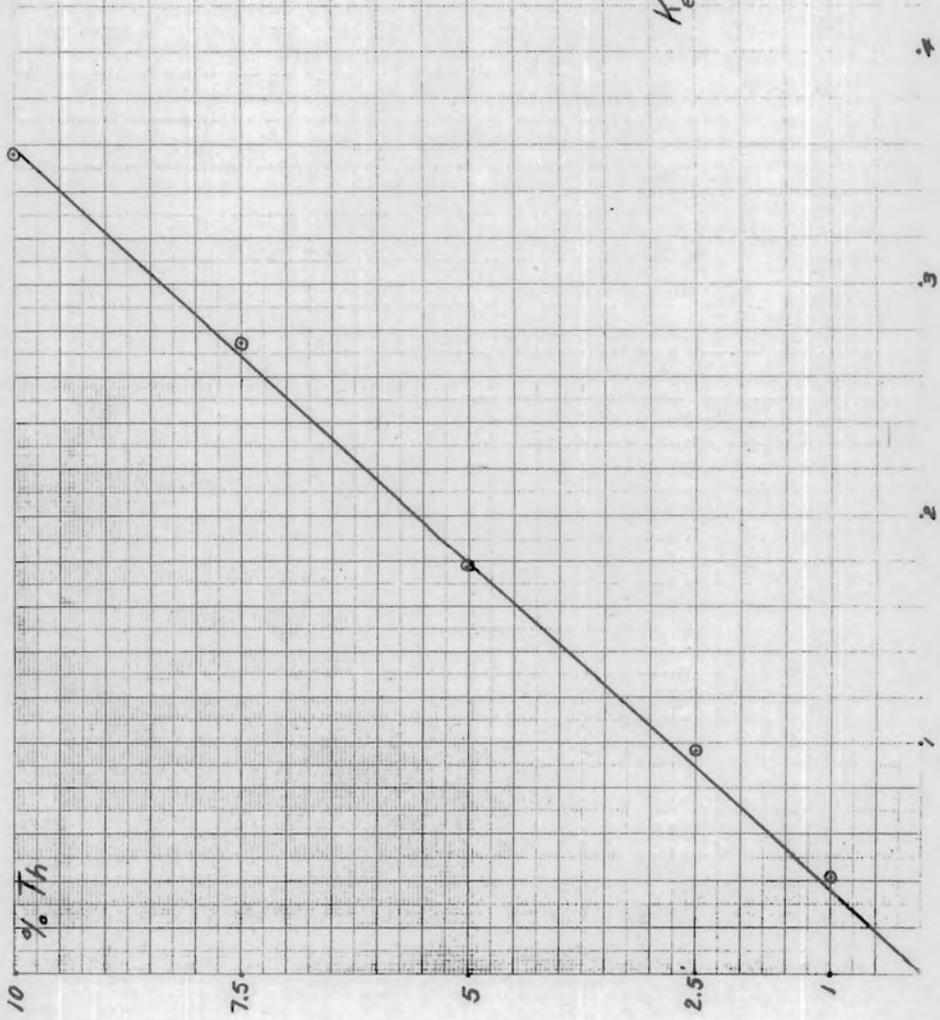
BISMUTO

1 Bi. - Muestras estándares:

Serie (1)

Sal: óxido de bismuto (Bi_2O_4)

GRAFICA
2



$K_{emp.} = 0.359$

Matriz de carbonato de litio (Li₂CO₃)

% de bismuto: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .

2 Bi. - Condiciones de operación:

Para radiación de bismuto:

2 Θ = 32.88

voltaje del tubo de centelleo 750

sin el empleo del análisis de altura de pulsos.

40 Kv a 20 mA.

Para radiación de rubidio:

2 Θ = 26.54

voltaje del tubo de centelleo 725

con el uso del análisis de altura de pulsos.

atenuación : 2

ventana: 1

amplitud: 4.5

40 Kv a 20 mA.

3 Bi. - Resultados: (de tres determinaciones).

<i>% Bi</i>	<i>μ_{fa}</i>	<i>μ_{ea}</i>	<i>I_r</i>	<i>I_A</i>
<i>10.0</i>	<i>2.53</i>	<i>2.01</i>	<i>0.8904</i>	<i>4.04</i>
<i>7.5</i>	<i>2.05</i>	<i>1.46</i>	<i>0.8381</i>	<i>2.94</i>

$\% Bi$	M_{fa}	M_{ea}	I_r	I_A
5.0	1.59	0.99	0.7636	1.97
2.5	1.09	0.63	0.6127	1.06
1.0	0.80	0.41	0.3864	0.47
0.5	0.73	0.34	0.2461	0.26
0.0	0.629	0.29	0.0433	0.04

4 Bi. - Promedio de I_A :

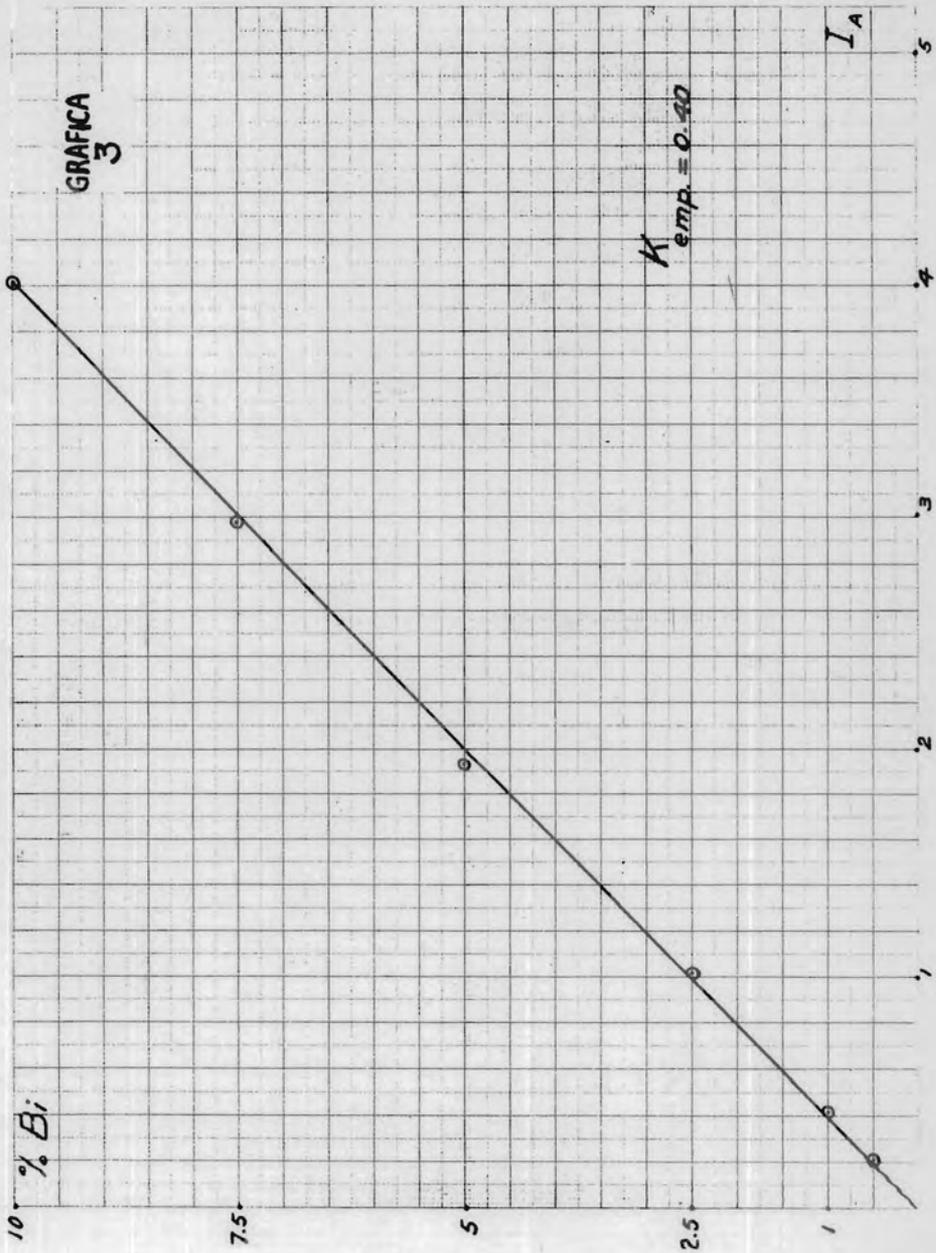
$\% Bi$	PROMEDIO
10.0	4.04
7.5	2.94
5.0	1.97
2.5	1.06
1.0	0.47
0.5	0.26
0.0	0.04

5 Bi. - Gráfica de $K_{emp.}$ (GRAFICA 3).

6 Bi. - Valor de $K_{teo.}$ y promedio:

$$K_{emp.} \text{ PROMEDIO} = 0.40$$

$$K_{teo.} \text{ PROMEDIO} = 0.348$$



PLOMO*1 Pb. - Muestras estándares:**Serie (1):**Sal: óxido de plomo (Pb O)**matriz de carbonato de litio ($Li_2 CO_3$)**% de plomo: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .**Serie (2):**Sal: óxido de plomo (Pb O)**Matriz de cuarzo.**% de plomo: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0 .**Serie (3):**Sal: óxido de plomo (Pb O).**Matriz de bórax anhidro.**% de plomo : 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0**2 Pb. - Condiciones de operación:**Para radiación de plomo:* *$2 \Theta = 33.99$* *voltaje del tubo de centelleo 750**sin el empleo del análisis de altura de pulsos.*

Para radiación de rubidio:

$2\Theta = 26.60$

voltaje del tubo de centelleo 725

con el uso del análisis de altura de pulsos.

atenuación: 2

ventana: 1

amplitud: 4.5

40 Kv a 20 mA.

3 Pb. - Resultados: (promedios de tres determinaciones):

SERIE (1)

<i>% Pb</i>	<i>μ_{fa}</i>	<i>μ_{ea}</i>	<i>I_r</i>	<i>I_A</i>
10.0	2.58	4.34	0.8282	5.73
7.5	2.02	3.12	0.7740	3.97
5.0	1.52	1.94	0.6890	2.38
2.5	1.13	1.08	0.5400	1.19
1.0	0.86	0.52	0.325	0.44
0.5	0.77	0.39	0.194	0.22
0.0	0.70	0.29	0.0327	0.032

SERIE (2)

<i>% Pb</i>	<i>μ_{fa}</i>	<i>μ_{ea}</i>	<i>I_r</i>	<i>I_A</i>
10.0	3.63	4.84	0.6583	5.97

% Pb	M_{fa}	M_{ea}	I_r	I_A
7.5	3.17	3.92	0.5658	4.01
5.0	2.73	2.92	0.4655	2.63
2.5	2.2	1.86	0.3044	1.26
1.0	2.05	1.35	0.1598	0.54
0.5	1.94	1.17	0.0926	0.28
0.0	1.85	1.02	0.0208	0.05

SERIE (3)

% Pb	M_{fa}	M_{ea}	I_r	I_A
10.0	2.77	3.93	0.7402	4.95
7.5	2.30	2.87	0.6940	3.58
5.0	2.07	2.47	0.6730	3.07
2.5	1.52	1.12	0.4270	1.12
1.0	1.24	0.67	0.2380	0.45
0.5	1.15	0.54	0.1450	0.24
0.0	1.06	0.42	0.0260	0.038

4 Pb. - Promedios de I_A :

% Pb	SERIES			PROMEDIO
	(1)	(2)	(3)	
10.0	4.70	5.35	4.96	5.00
7.5	3.56	4.00	3.58	3.71

% Pb	(1)	(2)	(3)	PROMEDIO
5.0	2.38	2.63	3.07	2.69
2.5	1.19	1.26	1.12	1.19
1.0	0.44	0.54	0.45	0.47
0.5	0.22	0.28	0.24	0.25
0.0	0.032	0.059	0.038	0.04

5 Pb. - Gráfica de $K_{emp.}$ (GRAFICA 4)

6 Pb. - Valores de $K_{teo.}$ y promedio:

MATRIZ	$K_{teo.}$
carbonato de litio (Li_2CO_3)	0.50
cuarzo 50%, carbonato de litio 50%	0.56
bórax anhidro	0.48

$K_{emp.}$ PROMEDIO = 0.497

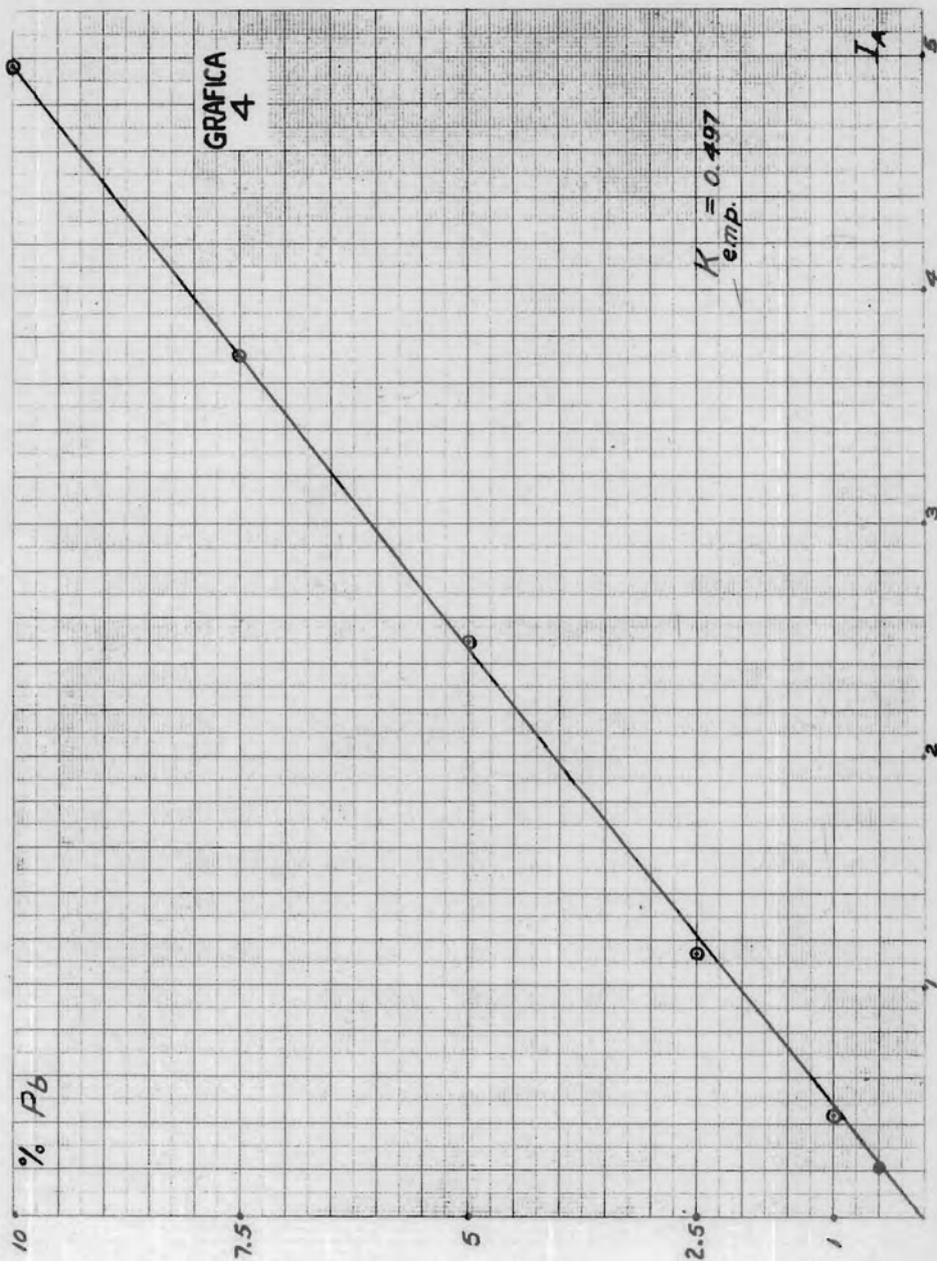
$K_{teo.}$ PROMEDIO = 0.513

TALIO

1Tl. - Muestras estándares:

Serie (1):

Sal: Oxido de Talio (Tl_2O_3)



Matriz de carbonato de litio (Li_2CO_3)

% de talio: 10.0, 7.5, 5.0, 2.5, 1.0, 0.5, 0.0

2Tl. - Condiciones de operación:

Para radiación de talio:

$2\Theta = 34.75$

voltaje del tubo de centelleo 750

sin el empleo del análisis de altura de pulsos

40 Kv a 20 mA.

Para radiación de rubidio:

$2\Theta = 26.45$

voltaje del tubo de centelleo 725

con el uso del análisis de altura de pulsos

atenuación: 2

ventana: 1

amplitud: 4.5

40 Kv a 20 mA.

3Tl. - Resultados: (de tres determinaciones).

SERIE (1)

<i>% Tl</i>	<i>μ_{fa}</i>	<i>μ_{ea}</i>	<i>I_r</i>	<i>I_A</i>
10.0	2.78	4.55	0.8317	6.09

$\% Tl$	μ_{fa}	μ_{ea}	I_r	I_A
7.5	2.32	3.38	0.8080	4.48
5.0	1.82	2.20	0.7380	3.00
2.5	1.30	1.15	0.5919	1.45
1.0	0.95	0.57	0.3830	0.58
0.5	0.87	0.43	0.2500	0.32
0.0	0.74	0.28	0.0324	0.03

4 Tl. - Promedio de I_A :

$\% Tl$	PROMEDIO
10.0	6.01
7.5	4.50
5.0	3.00
2.5	1.45
1.0	0.58
0.5	0.32
0.0	0.03

5 Tl. - Gráfica de $K_{emp.}$ (GRAFICA 5)

6 Tl. - Valor de K_{teo} : 0.61

$K_{emp.}$ PROMEDIO = 0.596

$K_{teo.}$ PROMEDIO = 0.61

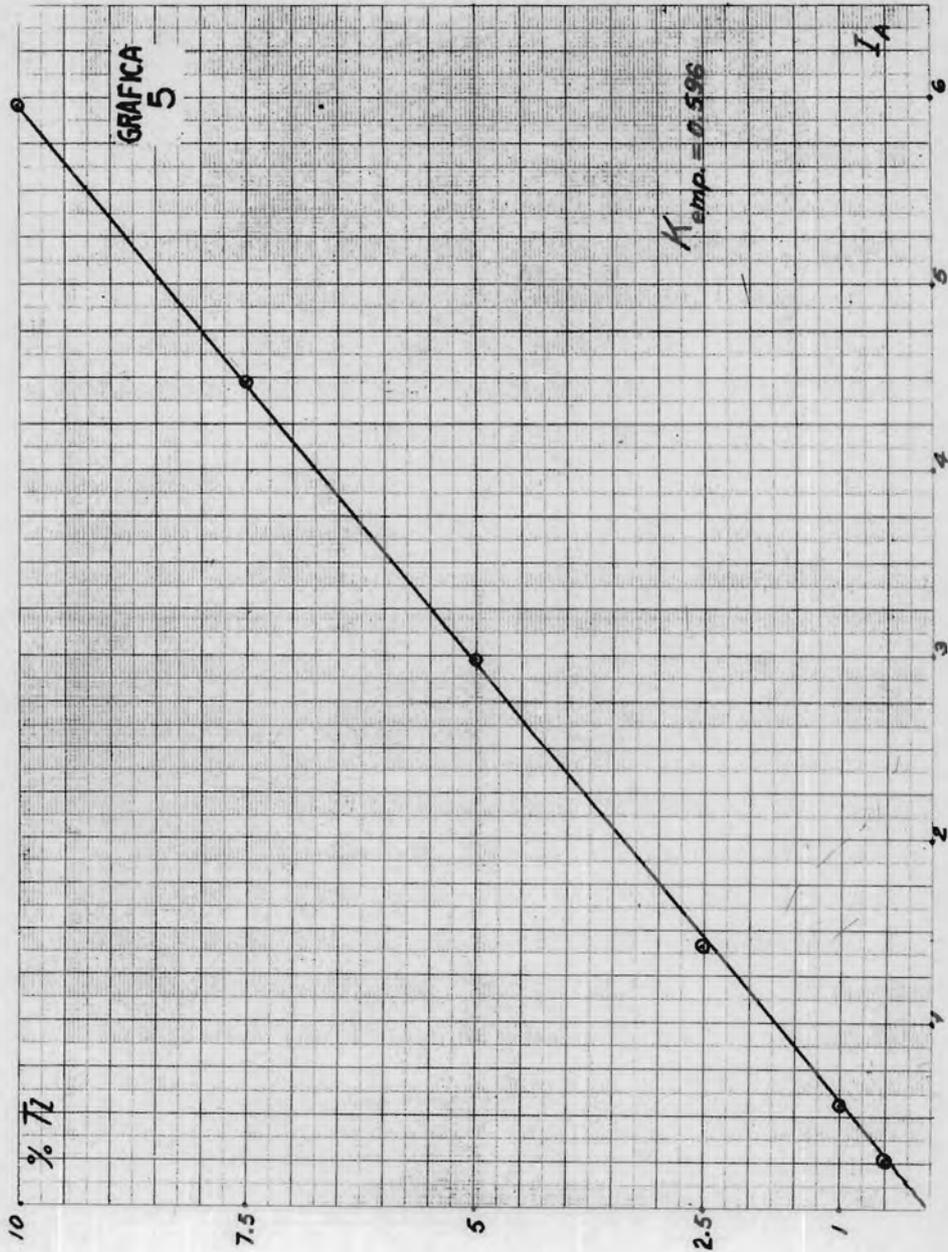


TABLA (IV. 1)

<i>Z</i>	<i>ELEMENTO</i>	$K_{teo.}$	$K_{emp.}$
92	<i>uranio</i>	0.38	0.38
90	<i>torio</i>	0.33	0.35
83	<i>bismuto</i>	0.348	0.40
82	<i>plomo</i>	0.513	0.497
81	<i>talio</i>	0.61	0.596

CAPITULO V

DETERMINACION CUANTITATIVA DE TALIO EN
MINERALES

La comprobación del método de la intensidad absoluta de análisis cuantitativo se hizo para el elemento talio. Se pensó que lo mejor sería preparar un conjunto de once muestras en las que se pondría el talio mediante uno de sus tres compuestos distintos: óxido de talio (Tl_2O_3), yoduro de talio (TlI), nitrato de talio ($TlNO_3$), y se emplearían en cada caso matrices diferentes de origen mineral; esto último se hizo para aproximarse a un problema real. El procedimiento consistió en preparar las muestras con diferentes concentraciones de talio y hacer el análisis mediante el método de la intensidad absoluta como si no se conocieran dichas concentraciones y finalmente comparar los valores encontrados con los de preparación, la diferencia relativa entre estos valores fija el criterio sobre la precisión del método.

PREPARACION DE LOS PROBLEMAS.

Los problemas se dispusieron de la manera que enseguida se explica:

A. - Se preparó una mezcla primaria con óxido de talio y carbonato de litio; en ella el contenido de talio fué de 11.05%. A partir de esta mezcla debidamente homogeneizada se obtuvieron las cinco muestras problema que enseguida se enumera y se menciona en cada caso la composición de la

matriz correspondiente:

PROBLEMA	MATRIZ
No. 1	<i>cuarzo 50%, carbonato de litio 50%.</i>
No. 2	<i>calcita 50%, carbonato de litio 50%</i>
No. 3	<i>feldespato 50%, carbonato de litio 50%</i>
No. 4	<i>mineral de uranio 50%, carbonato de litio 50%</i>
No. 9	<i>muestra No. 4 diluida 50% en carbonato de litio.</i>

Se empleó carbonato de litio en la preparación tanto de las muestras estándares como en los problemas, porque dada su transparencia a los rayos x, mantiene bajo el coeficiente de absorción total de la mezcla y se obtiene por tanto mayor intensidad en la radiación fluorescente .

B. - Con nitrato de talio se preparó otra muestra primaria en carbonato de litio con el 10% de talio; a partir de ésta, se obtuvieron los problemas que abajo se enumeran:

PROBLEMA	MATRIZ
No. 5	<i>cuarzo 50%, carbonato de litio 50%.</i>
No. 6	<i>calcita 50%, carbonato de litio 50%.</i>
No. 7	<i>caolín 50%, carbonato de litio 50%.</i>
No. 8	<i>cerianita 50%, carbonato de litio 50%.</i>

C. - Finalmente, con las sales de talio y las matrices que se indi

can se prepararon los dos problemas siguientes:

PROBLEMA	MATRIZ	SAL
No. 10	cerianita 25%, b6rax 75%	Tl_2O_3
No. 11	cerianita 25%, b6rax 75%	Tl I

TABLA (V - 1)

PROBLEMA	%	MUESTRA PRIMARIA	MATRIZ
		(11.05% de talio)	
No. 1	0.33	0.15	4.85
No. 2	0.66	0.30	4.70
No. 3	1.1	0.4	4.60
No. 4	2.2	1.0	4.00
		(10% de talio)	
No. 5	0.3	0.15	4.85
No. 6	0.6	0.30	4.70
No. 7	1.0	0.5	4.5
No. 8	2.0	1.0	4.00
		(No. 4)	
No. 9	1.0	2.5	2.5
		(Tl_2O_3)	
No. 10	1.0	0.05559	4.9441
		(Tl I)	
No. 11	1.0	0.08104	4.9189

En esta tabla (V - 1) aparecen las cantidades en gramos que se pesaron para obtener los porcentajes que se leen en la misma.

Las once muestras así preparadas, fueron cuidadosamente mezcladas y cada una fué puesta en el mortero mecánico por espacio de media hora a fin de homogeneizarla mejor.

Para cada una de las muestras se obtuvieron los valores de I_{γ} , M_{ea} , M_{fa} , I_A , I_{A0} , de la manera como fué explicado en el capítulo precedente.

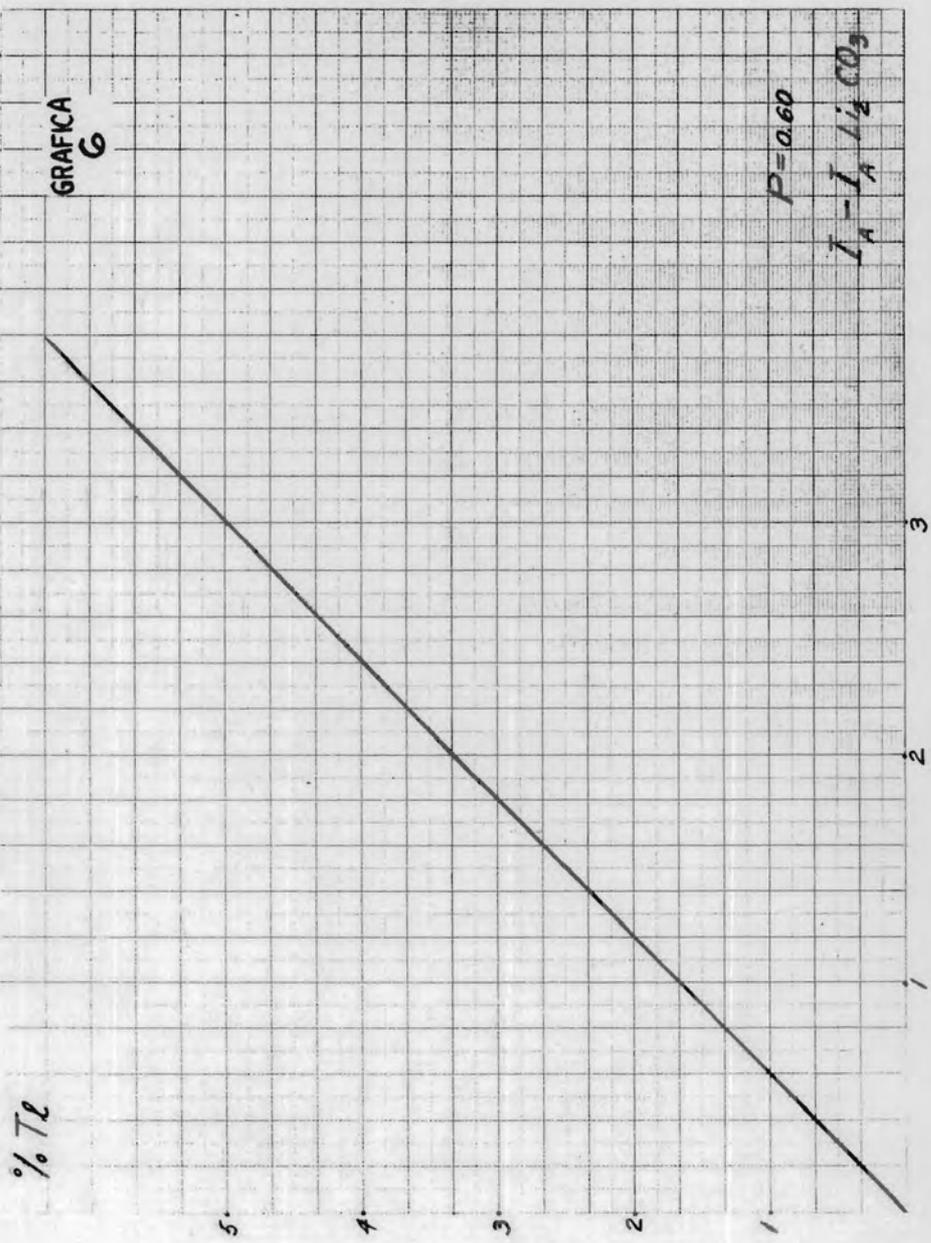
La cuantificación de las muestras problema se hizo a partir de una curva analítica construida con el valor promedio de las determinaciones para el valor de la K del talio; es decir, $K = 0.60$ y el valor de I_{A0} que resulta para la muestra que no contiene talio. Es decir de la propia matriz. Dicho de otra manera se construyó la recta $I_A - I_{A0} = K C$ la cual aparece en la gráfica (6).

A partir de los valores $I_A - I_{A0}$ determinados para cada muestra problema, se leyó en la curva analítica la concentración de talio correspondiente. Los resultados del análisis se muestran en la tabla (V. 11).

<i>Problema</i>	J	I_r	μ_{ea}	μ_{fa}	I_A	I_{Ao}	$I_A - I_{Ao}$	% <i>encon.</i>	% <i>prep.</i>	<i>error</i> <i>rel.</i>
No. 1	48.28	0.9787	1.14	2.10	0.25	0.06	0.19	0.33	0.33	0%
No. 2	46.96	0.0765	3.05	3.96	0.53	0.08	0.45	0.7	0.66	6%
No. 3	100.3	0.1632	2.00	2.8	0.78	0.05	0.73	1.2	1.11	7.5%
No. 4	120.6	0.1964	3.82	4.34	1.60	0.08	1.52	2.4	2.21	7.9%
No. 5	38.26	0.0628	1.10	2.08	0.20	0.06	0.14	0.25	0.3	1.6%
No. 6	37.37	0.0622	3.02	3.97	0.432	0.08	0.352	0.6	0.6	0%
No. 7	98.50	0.1655	1.25	1.96	0.531	0.03	0.481	0.85	1.0	15%
No. 8	91.68	0.1506	3.79	4.25	1.21	0.08	1.13	1.90	2.0	5%
No. 9	105.32	0.173	1.84	2.53	0.756	0.08	0.676	1.1	1.1	0%
No. 10	89.4	0.148	1.27	2.72	0.66		0.66	1.05	1.0	4.7%
No. 11	81.9	0.1357	1.96	2.89	0.658		0.658	1.05	1.0	4.7%

ERROR RELATIVO PROMEDIO 5%

TABLA (V. II).



CAPITULO VI

DISCUSION Y CONCLUSIONES.

Los resultados obtenidos en el presente trabajo comprenden tres aspectos; a saber:

a. - El procedimiento seguido para medir las absorciones da lugar a valores del coeficiente específico de absorción de masa $\frac{\mu_{fP}}{C_P}$ y $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$ que son diferentes entre sí para los cinco elementos estudiados.

b. - Mediante una gráfica se ha obtenido la relación con respecto al número atómico Z del factor K , que relaciona la intensidad absoluta y la concentración.

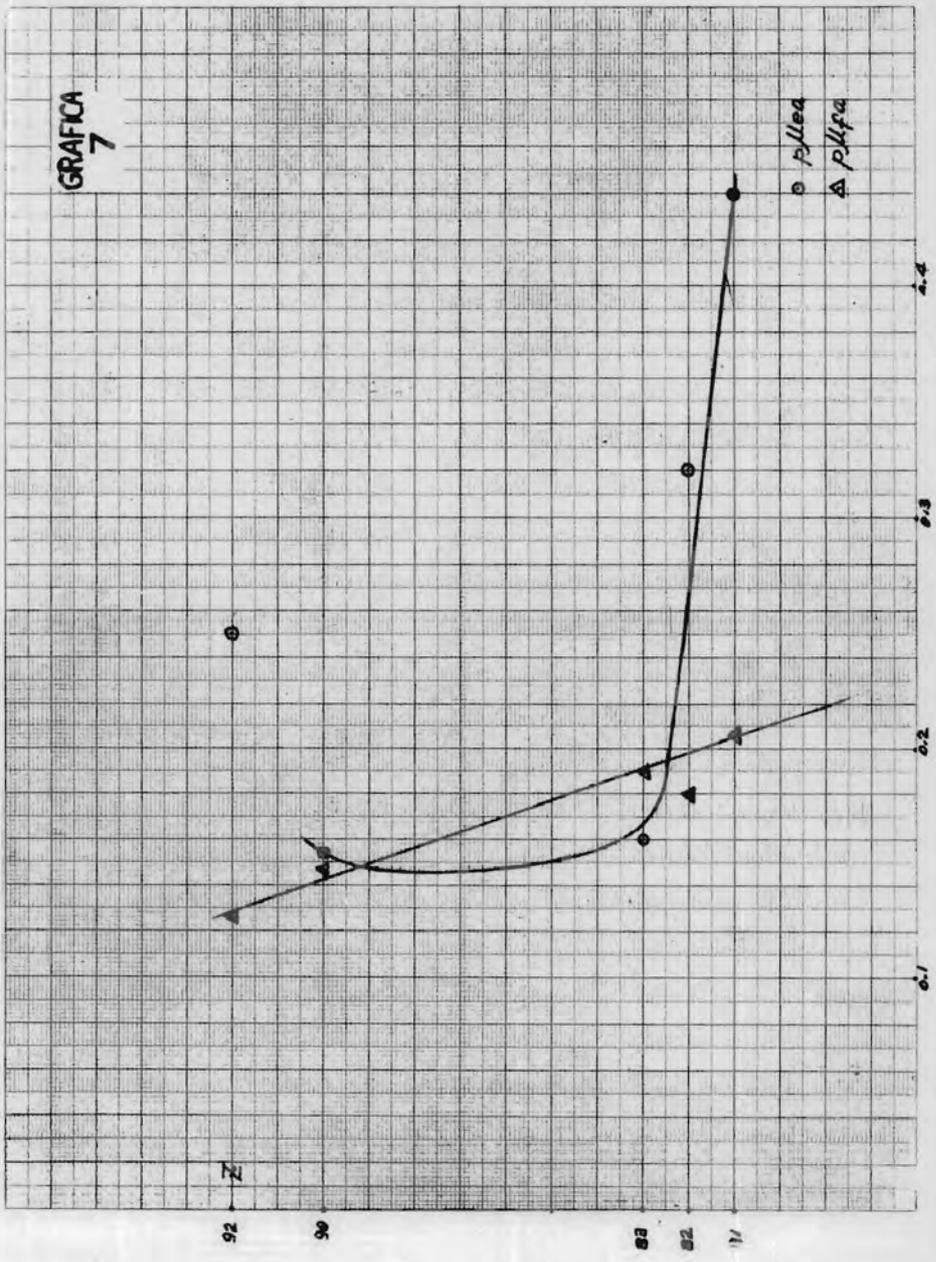
c. - La comprobación del método de la intensidad absoluta mediante el análisis cuantitativo de once muestras de talio en minerales.

A. - Se abordará primero la discusión del tema (a).

En la gráfica (7) se muestra la relación entre el valor del coeficiente específico de absorción de masa $\frac{\mu_{fP}}{C_P}$ con respecto al número atómico Z en ella, se ve que este coeficiente tiene una variación aproximadamente lineal e inversamente proporcional al valor de Z .

Por otra parte la variación del coeficiente específico de absorción de masa $\frac{\mu_{eP}}{C_P}$ se muestra en la gráfica (7). Todos los puntos excepto el del uranio, caen dentro de una línea semejante a rama de hipérbola.

GRAFICA
7



La determinación para el coeficiente del uranio se revisó cuidadosamente pero no fué posible encontrar un valor diferente al que aquí se registra.

En la gráfica 8 se presentan los valores del coeficiente de absorción de masa (Victoreen, 1949), respecto de Z, éstos son los mejores valores que pueden encontrarse en la literatura. Nótese que para el torio y para el talio se dá el mismo valor del coeficiente 127 a pesar de que hay entre dichos elementos una diferencia de nueve unidades de número atómico; mientras que experimentalmente se obtienen los valores 0.153 y 0.44 para los coeficientes específicos de absorción de masa de dichos elementos. En otras palabras, el procedimiento seguido para determinar los coeficientes de absorción de masa es un método que permite encontrarlos con mayor exactitud que a los que antes se hizo referencia, ya que da lugar a valores distintos para variaciones pequeñas del número atómico Z.

B. - Dependencia del factor K respecto de Z.

La gráfica 9 muestra la relación entre los valores de:

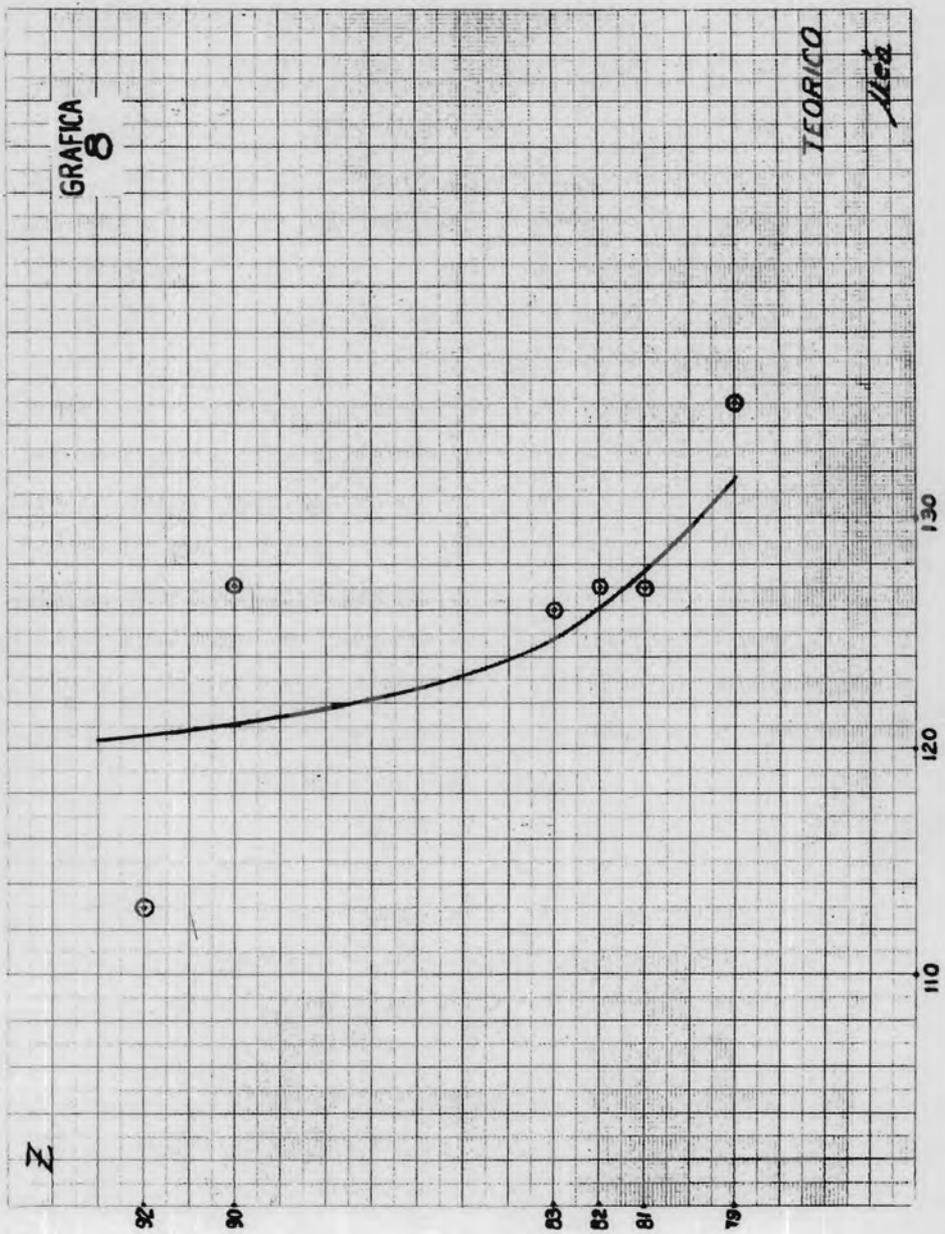
$$K_{teo.} = \frac{\mu^* e_p}{C_p} + \frac{\mu^* f_p}{C_p}$$

y

$$K_{emp.} = \frac{\Delta I_A}{\Delta C}$$

respectivamente con relación a Z. La semejanza entre estos valores, que se obtienen por procedimientos distintos, demuestra la validez de la fórmula de la intensidad absoluta.

Por otra parte, la relación entre los valores de $K_{teo.}$ y $K_{emp.}$



con respecto a Z son líneas continuas correspondientes que permiten determinar por interpolación valores para las K de aquellos elementos que no se hubieran determinado previamente; por ejemplo, supóngase que no se conociera el valor de $K_{emp.}$ para el plomo, y que éste se hubiera tenido que evaluar por interpolación en la gráfica. El valor que se lee es de 0.46, mientras que el que se determina experimentalmente a partir de mediciones de los patrones es de 0.47. Entre ellos existe una diferencia relativa de 2%. Esto quiere decir que los valores resultantes para análisis de muestra de plomo a partir de la curva analítica:

$$I_A - I_{A_0} = K_{emp.} \times C \quad (9)$$

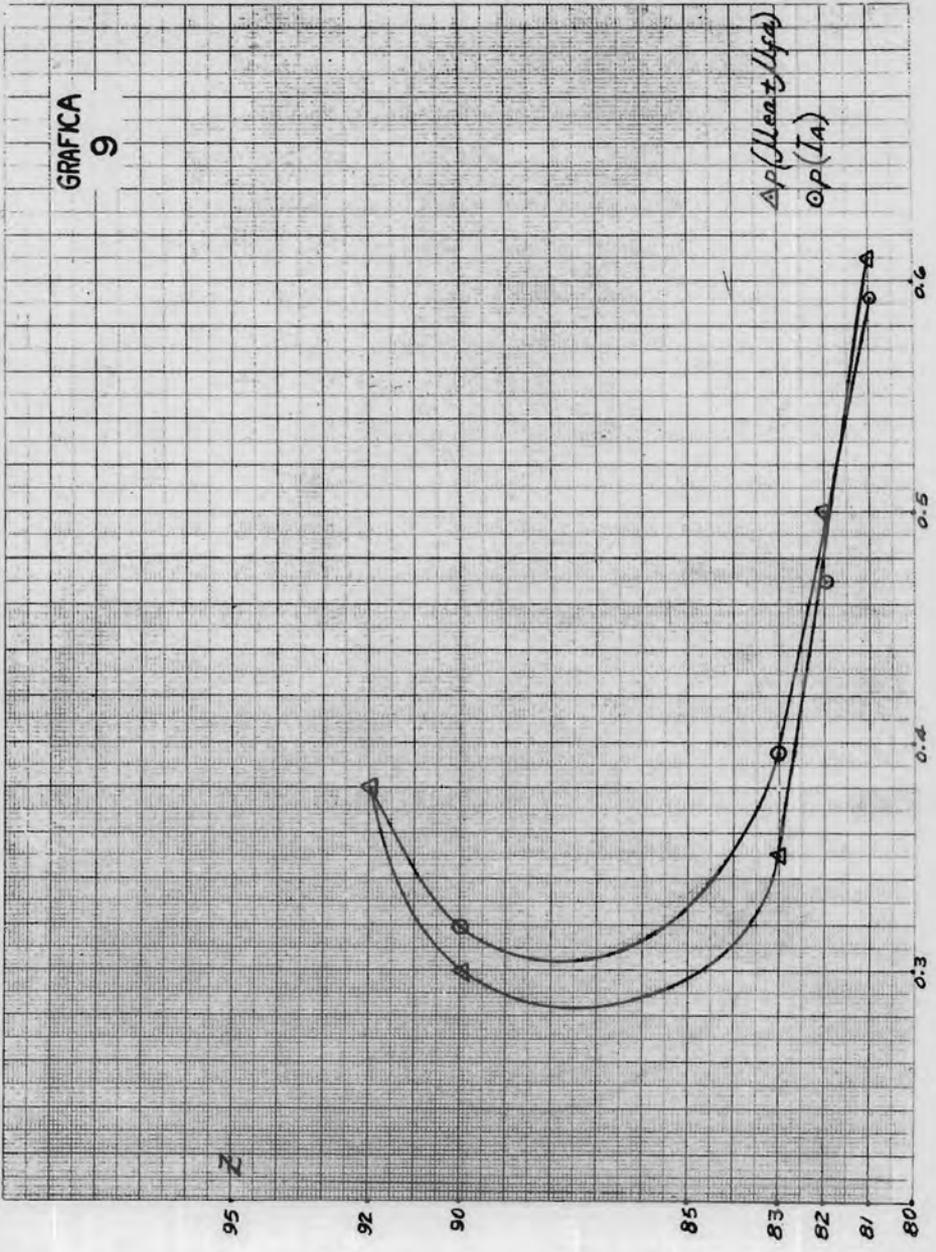
construida con el valor de K empírica y leído de la gráfica, estarían afectados por errores relativos del orden del 2%.

Este mismo procedimiento podría seguirse para efectuar análisis cuantitativos para los elementos polonio, francio, radio y paladio, en el que no se implica el empleo de muestras de referencia; ya que basta determinar por interpolación en cada caso, el valor de $K_{emp.}$ y de ahí construir la gráfica para el análisis correspondiente a la ecuación (9).

C. - La validez del método de la intensidad absoluta se comprobó mediante el análisis, efectuado por el mismo, de once muestras sintéticas preparadas con: óxido de talio, yoduro de talio y nitrato de talio, en matrices constituidas por minerales.

La comparación entre los valores de preparación de las muestras y los obtenidos por el análisis dan un criterio sobre la precisión del

GRAFICA
9



método. Según fué señalado en la sección correspondiente, el error relativo obtenido en estas determinaciones fué del 5%. Esto permite concluir que el método de la intensidad absoluta por fluorescencia de rayos x es suficientemente preciso, es rápido, no destruye la muestra y es limpio.

BIBLIOGRAFIA

- 1.- Beattie, H. J. y Brissey, R. M. *Anal. Che.*, 26, 980 (1954).
- 2.- Briks L. S., *X ray Spectrochemical Analisis, Interscience, Nueva York* 1959.
- 3.- Cano C. O. y de Rivera L. P., *Revista mexicana de Física*, 79, Vol. 2 (1962).
- 4.- Claisse, Fernand. *Morelco Reporter III* (1951) 3.
- 5.- Lambert, M. S. *Norelco Reporter VI* (1959) 37.
- 6.- Powers, M. C. *X ray Flurescent Spectrometer Conversion Tables Element to Two-Theta. Publicada por Philips Electronics, Inc. Instrument Division. Mount Vermon, Nueva York* (1957).
- 7.- Victoreen J. A. "The calculation of mass absortion coefficients" *J. Appl. Philips*, 20 (1949), 1141.
- 8.- de Vries J. L. *Science and Industry*, Vol. 8 number 2, (1961).