



ANALISIS CUANTITATIVO DE Fe, Co, Si Y AL EN CEMENTOS
INDUSTRIALES POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X

TESIS PROFESIONAL

AURELIA MARIA LETICIA BAÑOS LOPEZ

México, D. F.

1964



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

UNIVERSIDAD IBEROAMERICANA
INCORPORADA A LA U. N. A. M.
ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS.

ANALISIS CUANTITATIVO DE Fe, Ca, Si Y AL EN CEMENTOS
INDUSTRIALES POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X

T E S I S
Que para obtener el Título de:
Q U I M I C O
p r e s e n t a:
AURELIA MARIA LETICIA BAÑOS LOPEZ

Quocumque lectum nomine Massicum
servas, moveri digna bono die,...

Horacio, C. I. III-XII,

"Ad Amphoram".

Los días universitarios han fecundado el laboreo intelectual de quien presenta este sencillo trabajo. Con él se cierra el ciclo de mi preparación profesional y mi vida se orienta a una dimensión nueva, de gran amplitud, de enormes potencialidades. El contiene -aunque no lo mencione- todo un mundo de personas y de cosas que el tiempo ha de ir añejando hasta volverlas más dulces y más reconfortantes.

Frecuentemente por eso, deseo ampararlo bajo el nombre de todos aquellos que lo han hecho posible, movida por el reconocimiento y por la convicción de que todo lo valioso que tenga se debe a sus enseñanzas, a sus consejos y a su estímulo. En primer lugar, lo ofrezco a Dios, de quien procede todo bien. Luego a este México amado, a cuyo progreso se han consagrado mis estudios. Enseguida, a mis padres: a papá, como recuerdo; a mamá, como testimonio de que sus sacrificios han fructificado en esta tesis. La dedico también a mis hermanos y familiares, a mis amigos y compañeros, a quienes debo ayudas tan oportunas y valiosas.

Quisiera recordar con especial agradecimiento al claustro profesoral de la Universidad, al Instituto de Física de la U.N.A.M. y a la Comisión Nacional de Energía Nuclear, que me han otorgado facilidades inmerecidas para el desarrollo de mi trabajo.

La dedico, finalmente, al Maestro Octavio Cano Corona, quien se ha preocupado de conducirme en la elaboración de mi tesis. No sólo agradezco el tiempo y los cuidados que tal cosa le han significado, sino la garantía que su nombre ofrece a todos los que cultivan el campo de la Física.

"La Verdad Os Hará Libres".

SUMARIO

- I INTRODUCCION
- II ANTECEDENTES
- III TRABAJO EXPERIMENTAL
- IV RESULTADOS Y CONCLUSIONES
- V BIBLIOGRAFIA.

CAPITULO I

INTRODUCCION

En el presente trabajo se investiga la aplicación del procedimiento de fluorescencia de rayos X mediante el método de la Intensidad Absoluta simplificado (1), para efectuar análisis cuantitativos para los elementos Hierro, calcio, silicio y aluminio en los cementos industriales.

Ya otros trabajos (2) se han desarrollado sobre la determinación cuantitativa de los elementos pesados y mediante ellos se ha llegado a la conclusión de que el procedimiento es aplicable.

El tema que aquí se aborda es interesante porque se sabe que para los elementos de peso atómico menor, los efectos de absorción, tamaño de la partícula y la asociación química tienen gran influencia sobre las intensidades fluorescentes.

Es conocido el hecho de que el procedimiento de fluorescencia ha sido ya aplicado para la determinación de los elementos que aquí se estudian (3,4 y 5). El procedimiento consiste en efectuar las determinaciones cuantitativas a partir de curvas analíticas que relacionan la intensidad con la concentración del elemento las cuales se obtienen a partir de cementos cuya concentración de los elementos citados se ha determinado por los métodos de vía húmeda.

Aquí lo que nos proponemos es el determinar si es posible obtener resultados aceptables con la aplicación del método de la Intensidad Absoluta con el empleo de curvas analíticas obtenidas de muestras constituidas de sustancias

químicamente puras; esto es, la realización del análisis con exclusión de los procedimientos de vía húmeda.

Esperamos que este trabajo tenga alguna utilidad para ayudar a desarrollar en nuestro medio la aplicación de los métodos físicos del análisis cuantitativo.

CAPITULO II

ANTECEDENTES

Los rayos X fueron descubiertos y estudiados en 1895 por Röntgen. Sus aplicaciones a la medicina mediante radiografías son las más comúnmente conocidas.

Son emisiones de la misma naturaleza que la luz visible en cuanto a su naturaleza intrínseca de composición, pero no de comportamiento; esto es, participan de dos características, ondulatoria y corpuscular. Como ondas están constituidas por la conjugación de dos campos, uno eléctrico y otro magnético que vibran en el vacío en direcciones perpendiculares entre sí.

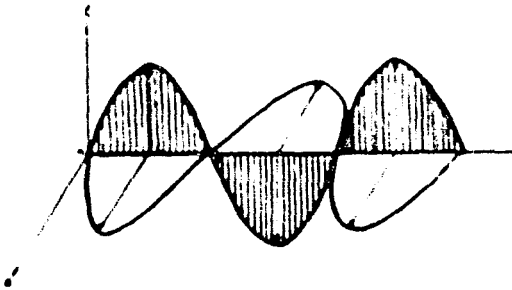


Fig. 1 MODELO DE UNA ONDA ELECTROMAGNETICA.

La gama de variación de la longitud de onda de los rayos X suele considerarse entre 10^{-10} cm. a 10^{-6} cm. Mientras que los rayos X implicados en los trabajos de fluorescencia varían entre 1 y 10 \AA .

La luz visible por otra parte tiene una longitud de onda de 4000 a 7000 \AA .

La relación entre la longitud de onda y la frecuencia de las ondas electromagnéticas es:

$$\lambda = \frac{c}{\nu}$$

mediante la que se obtienen las frecuencias de $\nu \times 10^{18}$ y $\nu \times 10^{19}$ para los rayos X con longitud de onda de 1 y 10 Å.

El modelo corpuscular supone a los rayos X constituidos por partículas transportadoras de la energía, las cuales se denominan fotones. Estos tienen asociadas propiedades ondulatorias a través de la expresión que da su energía, la cual es:

$$E = h \nu$$

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

Las energías asociadas respectivamente a los fotones de rayos X de 1 y 10 Å son iguales a 1.987×10^{-9} y 1.987×10^{-8} respectivamente.

El concepto de fotón fue introducido por Einstein a principios de este siglo para explicar el efecto fotoeléctrico.

GENERACION DE RAYOS X: Los rayos X se producen (6) en la materia cuando en ella se frenan electrones de suficiente energía cinética. La radiación resultante se encuentra distribuida en una amplia gama de longitudes de onda la que se conoce con el nombre de espectro continuo (7); este puede tener altos y delgados máximos de intensidad para longitudes específicas dependiendo del elemento constituyente de la materia en donde inciden los electrones. Dichos máximos o picos constituyen el espectro característico (8) de los elementos constituyentes de la mencionada materia.

El espectro continuo está producido por la radiación emitida por los electrones cuando estos son frenados

por la materia a través de varios impactos. Aquí se aplica el resultado de la teoría electromagnética que expresa, que una carga eléctrica que es desacelerada emite radiación electromagnética.

Los rayos X empleados en la práctica se obtienen en los llamados tubos de rayos X (6 y 9). Son estos ampollas cilíndricas en las que se hace un alto vacío y que contienen dos elementos con respectivas conexiones hacia el exterior; uno es el cátodo, que es una cubierta metálica cilíndrica que contiene en la parte anterior un filamento helado que cuando el tubo está en operación conduce una corriente eléctrica; que lo pone incandescente. En estas condiciones se producen electrones por efecto termiónico.

Frete al cátodo hay otro elemento metálico cilíndrico que tiene en la cara anterior una placa, también metálica que recibe el impacto de los electrones. Este último elemento se llama ánodo.

La placa recibe el impacto de los electrones cuando se establece entre el cátodo y el ánodo un campo eléctrico, de manera que la diferencia de potencial entre ellos es mayor de varios miles de voltios. El ánodo en los tubos de rayos X empleados en difracción es hueco, lo que permite hacer circular dentro de él una corriente de agua empleada para disipar el calor allí producido.

La diferencia de potencial entre los dos elementos del tubo se produce comúnmente mediante un transformador (10)

La longitud de onda mínima, correspondiente al fotón de máxima energía producida para cierto voltaje aplicado al tubo puede calcularse de manera muy simple: Si se supone que toda la energía adquirida por un electrón bajo la influencia del campo eléctrico se emplea en la producción de un efecto; así tenemos:

$$Ve = hc = \frac{hc}{\lambda}$$

de donde:

$$\lambda = \frac{hc}{Ve} \quad (1)$$

en la cual, h como ya se dijo es la constante de Planck con valor de 6.62×10^{-34} Joules-seg; c es la velocidad de la luz, $c = 3 \times 10^8$ m/seg; y e es la carga del electrón con valor de 1.602×10^{-19} Joules.

De la fórmula (1) resulta que para obtener rayos X con longitud de onda mayor o igual que 1 \AA , o sea 10^{-8} m/seg se requieren 12 400 voltios.

El espectro característico que fué arriba mencionado tiene su origen en los átomos de la materia irradiada.

Un electrón de los que chocan contra la placa puede expulsar por colisión uno de los electrones de las capas más internas del átomo; K, L, M, N, etc. El átomo ha sido excitado (11) es decir, se le ha dado energía, se le ha puesto en un nivel de energía caracterizado por la ausencia de un electrón, por ejemplo de la capa K. Un electrón de la capa L cae y ocupa el lugar vacío de la capa K, el átomo está ahora en el nivel de energía caracterizado por la ausencia de un electrón de la capa L. La diferencia entre estos dos niveles de energía constituye la energía de un fotón que se radia en este proceso.

La probabilidad de que este fenómeno se realice depende de la energía de los electrones incidentes, y esto a su vez del kilovoltaje aplicado al tubo.

FLUORESCENCIA DE RAYOS X: Este fenómeno consiste (12 y 13) en la producción de rayos X característicos mediante rayos X monocromáticos. En este caso un "agujero" de la capa K, L, M, N, etc. del átomo es producido por el impacto de un fotón, y una vez el átomo con dicho "agujero" radiará un fotón de rayos X en idéntica manera como lo hace cuando la ausencia del electrón ha sido causada por colisión de

otro electrón. De suerte que el espectro de rayos X fluorescentes de un elemento será idéntico al producido por impacto de electrones.

La única diferencia en la causa que produce los rayos X. En un caso electrones acelerados y en otro los rayos X mismos.

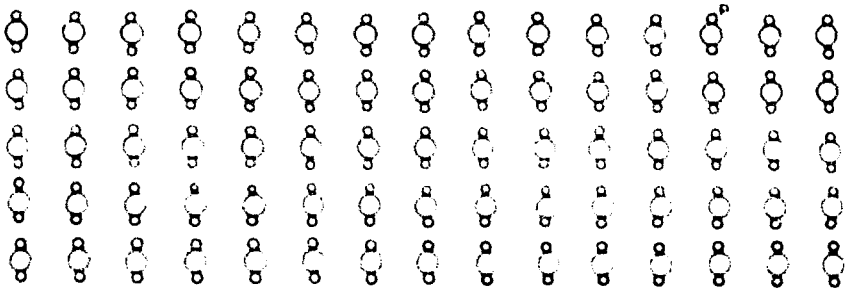
DIFRACCION DE RAYOS X: Para explicar este fenómeno (14) imaginemos un experimento: Consideremos un haz de rayos X monocromático (constituido de una estrecha banda de longitudes de onda), que incide sobre un pequeño cristal, cuyas dimensiones son del orden de décimas de milímetro y registremos mediante una película fotográfica puesta en la dirección de incidencia y detrás del cristal, las modificaciones que los rayos X experimentan cuando atraviesan el cristal. Lo que se observa es que una parte del haz de rayos X penetra a través del cristal, de suerte que volará a la película fotográfica en la región de intersección del haz de rayos X con dicha película. Pero además de esta mancha se observa la presencia de otras cerca de la mencionada, como si los rayos X hubieran sido reflejados en espejitos hipotéticos dentro del cristal. La presencia de estas últimas manchas constituyen el fenómeno de la difracción (15). Para explicarlo se requiere considerar la manera como los cristales están constituidos.

Un cristal puede definirse como la forma poliédrica regular limitada por superficies planas, que ha adquirido una substancia química en virtud de sus fuerzas interatómicas; esta definición sin embargo no es satisfactoria porque no dice nada sobre la estructura del cristal.

Para los fines de este trabajo la más adecuada es: Un cristal es un volumen que contiene una distribución periódica tridimensional de agrupaciones atómicas. Esto es, un cristal es como un mosaico tridimensional en el que un grupo

de átomos no repite a distancias fijas en las tres direcciones del espacio.

Para completar nuestras ideas consideremos la figura 2 que representa la distribución de los átomos en un plano de un cristal.



Esto constituye un plano de la red cristalina de un cristal. Ahora fijémonos en el punto P y consideremos el conjunto de puntos equivalentes al punto P. Dichos puntos equivalentes son aquellos que tienen el mismo entorno (16).

La figura 3 muestra el conjunto de puntos equivalentes al punto P.



Este arreglo de puntos recibe el nombre de red. Por los puntos de la red pueden hacerse pasar familias de

planos paralelos como los que se ilustran en la figura 3.

La difracción de rayos X puede explicarse de manera muy sencilla (17) suponiendo que los rayos X se reflejan en las familias de planos de puntos de la red. La distancia entre dos planos próximos de una familia se designa con la letra d y se llama distancia interplanar.

Esta reflexión se realiza obedeciendo la ley de Bragg, la cual expresa que:

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Para deducir esta expresión vamos a suponer que cada punto de la red es la posición de equilibrio de un electrón atado elásticamente al mismo punto.

Consideremos ahora ondas planas de rayos X monocromáticos incidentes sobre los puntos de la red. Los electrones serán puestos en oscilación debido a la fuerza con que actúa sobre ellos el campo eléctrico oscilatorio; cada electrón vibrante, de acuerdo con la teoría electromagnética emitirá en todas direcciones rayos X de la misma frecuencia que los incidentes.

De acuerdo con el principio de Huygens existirá una onda reflejada de manera que el ángulo que forma la dirección del rayo reflejado con uno de los planos de la familia es el mismo determinado entre la dirección del haz incidente y dicho plano.

Nos preguntamos en qué condiciones la onda reflejada por un plano va a sumar sus efectos a los de la onda reflejada por el plano próximo.

Para ese fin consideremos dos puntos de la red "A" y "B" mostrados en la figura 4, y las direcciones de las ondas reflejadas por ambos planos. Se ve que cuando la suma de las distancias $CH + BF = n\lambda$ las ondas reflejadas por los dos planos se superpondrán, crestas a crestas y valles a valles, pero por la construcción de la figura tenemos:

$CB = BP = d \operatorname{sen} \theta$
 por lo tanto la condición resulta,
 $n\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta$

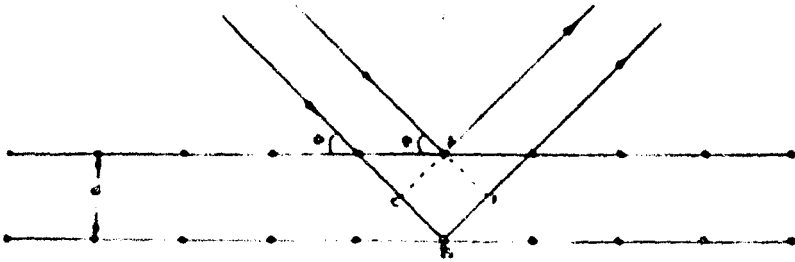


Fig. 4

Esta relación explica la existencia de los haces de rayos X difractados por el cristal en el experimento ideal descrito al principio de este capítulo.

Con apoyo en la ley de Bragg puede explicarse el funcionamiento de un cristal como analizador de rayos X; es decir, la manera mediante la cual un haz policromático de rayos X puede ser descompuesto en haces monocromáticos, para ese fin consideremos un haz de rayos X policromático incidente sobre un cristal cuya familia de planos, paralela a su plano tiene una distancia interplanar d . De los rayos X incidentes sólo serán reflejados aquellos cuya longitud de onda satisface la ley de Bragg.

A una longitud de onda dada, de hecho corresponden varios haces reflejados a los ángulos θ que se calculan de la ley de Bragg cuando se toma n igual a 1, 2, 3, etc. Quiere decir que a una longitud de onda dada le corresponden varios haces difractados.

Consideremos ahora otra longitud de onda, λ' para ella habrá otros valores de θ correspondientes a los diversos valores enteros de n . De hecho los valores que toma n

son pocos. Ello puede verse si se considera que $\text{sen } \theta = 1$, por lo tanto:

$$\frac{n\lambda}{2d} = 1$$

y puesto que λ es del orden de d esta relación sólo se cumple para unos cuantos valores de n .

Por ejemplo, consideremos el caso del cobre, cuya longitud de onda λ es igual a 1.54 \AA y sea que se trate de un cristal de cloruro de sodio con valor $2d$ igual a 5.639 \AA . Para este caso tenemos:

$$n = \frac{2d}{\lambda} = \frac{5.639}{1.54} = 3.6$$

por tanto, el valor máximo de n es 3.

Se ve pues que a cada longitud de onda le corresponden ángulos definidos y en general distintos para las diversas longitudes de onda.

Para lograr que un cristal actúe como analizador de rayos X se hace que el ángulo θ de incidencia varíe continuamente, de manera que las diversas longitudes de onda serán reflejadas a lo largo de diferentes ángulos θ .

ABSORCIÓN: Cuando un haz de rayos X penetra la materia pierde intensidad por diversos procesos a medida que avanza en ella. Entre dichos procesos se destacan dos, el primero es la dispersión de los rayos X por los electrones de los átomos. El campo eléctrico oscilante de la onda electromagnética hace vibrar a dichos electrones, y estos en virtud de que son cargas eléctricas sujetas a movimientos acelerados emitirán rayos X en todas direcciones. La energía que se transmite en la dirección original del haz será de esa manera debilitada.

El otro fenómeno es el que más nos interesa, y se refiere a la expulsión de los electrones de las capas internas del átomo por colisión de los fotones incidentes.

Para un átomo determinado existe una energía precisa asociada a los fotones más aptos para producir el "hueco" en una capa electrónica definida. A la longitud de onda correspondiente a dicha energía se le denomina arista de absorción del elemento para la transición resultante del "hueco" producido. Así la arista de absorción correspondiente a la producción de la línea K_{α} del cobre es $\lambda = 1.38 \text{ \AA}$ (18). Su valor es ligeramente menor que el de la línea de emisión K_{α} del cobre, el cual es de 1.54 \AA (19).

De acuerdo con lo que se acaba de decir se infiere que los átomos de una sustancia absorberán energéticamente aquellos fotones de rayos X cuya longitud de onda es igual a una de las aristas de absorción de la propia sustancia puesto que fácilmente pierden su energía en la colisión con electrones.

En lo que sigue vamos a distinguir como absorción general la que se produce por dispersión y como absorción característica la pérdida que se produce por colisión y expulsión de los átomos de las capas internas.

ESPECTROGRAFO DE RAYOS X: Es este un aparato especial que se emplea para efectuar los análisis por fluorescencia de rayos X (8, 11 y 20). Consiste esencialmente en dos partes a saber: En unidad generadora y en unidad registradora.

La primera consta fundamentalmente de un tubo de rayos X y de un transformador que alimenta a los elementos del tubo con voltajes y corrientes preseleccionadas.

Los tubos más empleados en fluorescencia poseen anódos de tungsteno o molibdeno.

Las condiciones máximas de operación de la unidad generadora del aparato empleado en este trabajo, que es de marca Philips, son de 50 KV y 20 mA; mientras que las condiciones usuales de trabajo son de 40 KV y 20 mA.

La unidad registradora consiste en cristales analizadores, colimadores, cámara de vacío con tubo proporcional de flujo incluido, tubo de centelleo exterior a dicha cámara registrador gráfico y contador de impulsos.

El portamuestras se encuentra incluido en la cámara de vacío, la que también contiene un cristal analizador y un tubo detector. El vacío se emplea cuando hay interés en estudiar rayos X blandos, como en el caso presente, en que se efectúa el análisis del aluminio, cuya radiación es fácilmente absorbida en el aire. De esta suerte los rayos X primarios y los fluorescentes, el cristal analizador y el tubo de tector se encuentran dentro de la cámara de vacío.

Para el caso de radiaciones más penetrantes se emplea como detector un tubo de centelleo el cual está fuera de la cámara de vacío.

Los impulsos eléctricos producidos por los fotones en ambos tubos detectores son amplificados y cuantificados en los circuitos electrónicos de la unidad registradora y son evaluados de dos maneras: Mediante el trazo de un pico sobre una gráfica continua que se produce automáticamente, o bien mediante un sistema contador que totaliza el número de impulsos que tienen lugar por unidad de tiempo.

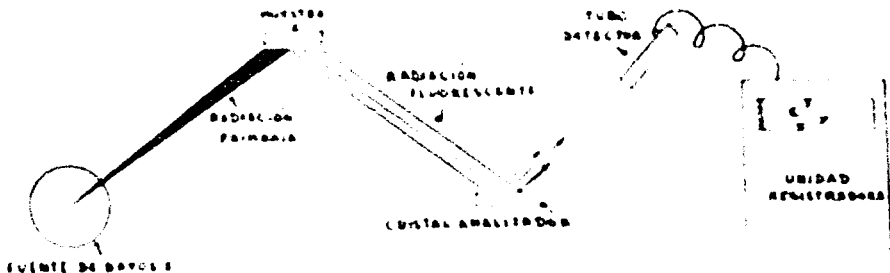


Fig. 5

La figura 5 muestra diagramáticamente la operación del espectrógrafo (5 y 21) en el estudio gráfico de radiaciones penetrantes.

Los rayos X primarios bañan a la muestra y provocan en los átomos de ésta la emisión de sus radiaciones características, las cuales constituyen la radiación fluorescente. Esta se hace pasar por un ducto rectangular de placas paralelas y se le hace incidir sobre un cristal analizador cuya operación fué explicada anteriormente. La separación de los diversos haces de longitudes de onda a diversos ángulos se hace haciendo variar el ángulo θ entre el plano del cristal analizador y la dirección en la que incide la radiación fluorescente. La dirección del eje del tubo detector de centelleo se modifica automáticamente al girar el cristal sobre su eje, de manera que aquella siempre forma con el plano del cristal el mismo ángulo de 90° .

Las longitudes de onda de los diversos haces se encuentran mediante la aplicación de la ley de Bragg, como fué previamente explicado.

Los haces separados entran al tubo detector y su intensidad es evaluada ya sea gráficamente o mediante el contador que permite cuantificarla en pulsos/seg.

METODO DE LA INTENSIDAD ABSOLUTA: (1, 2 y 22) El análisis cuantitativo aplicando el método de la Intensidad Absoluta, que ha sido encontrado por Cano Corona y colaboradores en 1962, consiste en un procedimiento para cuantificar el contenido de un elemento en una muestra dada. En él no sólo se emplea el dato de la intensidad fluorescente, sino en el caso general utiliza los valores de dos coeficientes de absorción, los cuales son determinados mediante el espectrógrafo mismo. La fórmula empleada es la siguiente:

$$I_r (\mu'_{ca} + \mu'_{fa}) = \left(\frac{\mu'_{cp}}{C_p} + \frac{\mu'_{fp}}{C_p} \right) C_a \quad (2)$$

en donde:

$$I_r = \frac{I_a}{I_p} \quad (3)$$

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 de 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 empleada en el análisis.

Los términos $\frac{K^{ep}}{C_p}$ y $\frac{K^{fp}}{C_p}$, son respectivamente

los coeficientes de absorción de masa del compuesto del elemento a, por unidad de porcentaje del elemento a en dicho compuesto, para la radiación de la arista 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:

$$\frac{K^{ep}}{C_p} \cdot \frac{K^{fp}}{C_p} = K \quad (4)$$

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

$$I_A = I_r (\mu^{ea} + \mu^{fa}) \quad (5)$$

y por otra parte se toma que:

$$C_a = C$$

la ecuación (2) puede escribirse:

$$I_A = KC \quad (6)$$

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

Como se ve, para aplicar el método de la Intensidad Absoluta es necesario evaluar para la muestra mediante el espectrógrafo dos coeficientes de absorción de masa; uno para la radiación del elemento que se emplea en el análisis y el otro para la radiación de la arista de absorción. Esto se hace atravesando a una porción rectangular, plano paralela de muestra, como de 1.5 cm. de espesor.

Para el caso de los elementos que nos proponemos analizar no se puede en general determinar el valor del coeficiente de absorción de masa de la manera como se ha explicado, porque sus rayos X característicos penetran muy poco en la materia, esto es sobre todo en el caso del calcio, silicio y aluminio.

La aplicación del método de la Intensidad Absoluta se hará introduciendo una nueva definición de la misma como:

$$I_A = I_r \mu$$

en donde:

μ representará el coeficiente de absorción de masa (23) de la muestra para la radiación $K\alpha$ del cobre, e I_r la intensidad relativa a la cual se hizo antes referencia.

El procedimiento seguido para evaluarlo será posteriormente explicado.

CAPITULO III

TRABAJO EXPERIMENTAL

Consistió en aplicar el método de la Intensidad Absoluta antes descrito para la determinación de hierro, calcio, silicio y aluminio en cementos industriales. La idea principal fué la de ver si era posible obtener resultados cuantitativos aceptables en la determinación de dichos elementos con el empleo de curvas analíticas construidas con datos determinados para un conjunto de muestras de contenidos de los elementos en cuestión semejantes a los de los cementos industriales.

PREPARACION DE MUESTRAS: Se obtuvieron cuatro cementos industriales cuyo análisis químico se había efectuado por los métodos de vía húmeda (24). Estos análisis se utilizaron para compararlos con los resultados del método de fluorescencia.

Se prepararon cinco muestras como mezclas de óxido férrico (Fe_2O_3), óxido de calcio (CaO), sílice (SiO_2) y alúmina (Al_2O_3), de manera que su contenido en los elementos hierro, calcio, silicio y aluminio fuera semejante al de los cementos industriales.

A partir de estas muestras se prepararon otras mezclándolas con bórax anhidro en un 60% en peso. Estas muestras se fundieron (25) en crisol de platino a la temperatura de 1000°C.

Después de fundir y homogeneizar (11) estas muestras se prepararon con ellas series de muestras mezcladas con bórax anhidro.

La composición química correspondiente a estas series se encuentra en las tablas I, II, III, IV y V.

Con los cementos analizados por vía húmeda se siguieron los mismos pasos que para las muestras sintéticas, obteniéndose así series de muestras derivadas de los cementos industriales.

El contenido químico correspondiente a las series preparadas a partir de los cementos industriales se encuentra en las tablas VI, VII, VIII y IX.

TABLA I

Serie I	Oxido Férrico %	Oxido Calcico %	Silice %	Alúmina %
a	1.29	26.49	8.04	1.86
b	0.97	19.86	8.03	1.39
c	0.64	13.24	4.02	0.93
d	0.32	6.62	2.01	0.46
e	0.13	2.65	0.80	0.18

TABLA II

Serie II	Oxido Férrico %	Oxido Calcico %	Silice %	Alúmina %
a	0.70	25.77	8.54	2.50
b	0.52	19.33	6.40	1.87
c	0.35	12.88	4.27	1.25
d	0.17	6.44	2.13	0.62
e	0.07	2.58	0.85	0.25

TABLA III

Serie III	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.60	26.00	9.20	3.20
b	1.28	20.80	7.36	2.56
c	0.96	15.60	5.72	1.92
d	0.64	10.40	3.68	1.28
e	0.32	5.20	1.84	0.64
f	0.16	2.60	0.92	0.32
g	0.08	1.30	0.46	0.16

TABLA IV

Serie IV	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.32	25.92	7.70	2.48
b	0.99	19.44	5.77	1.86
c	0.66	12.96	3.85	1.24
d	0.33	6.48	1.92	0.62
e	0.13	2.59	0.77	0.25

TABLA V

Serie V	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.68	25.44	7.86	2.00
b	1.26	19.08	5.89	1.50
c	0.84	12.72	3.93	1.00
d	0.42	6.36	1.96	0.50
e	0.16	2.54	0.78	0.20

TABLA VI

Serie VI	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.29	26.49	8.03	1.86
b	1.03	21.29	6.43	1.49
c	0.78	15.89	4.82	1.12
d	0.51	10.59	3.21	0.74
e	0.25	5.29	1.60	0.37
f	0.13	2.65	0.80	0.18
g	0.06	1.32	0.40	0.09

TABLA VII

Serie VII	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	0.70	25.77	8.54	2.50
b	0.56	20.61	6.83	2.00
c	0.42	15.46	5.12	1.50
d	0.28	10.30	3.41	1.00
e	0.14	5.15	1.70	0.50
f	0.07	2.57	0.85	0.25
g	0.03	1.28	0.42	0.12

TABLA VIII

Serie VIII	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.32	25.92	7.70	2.48
b	1.06	20.74	6.16	1.98
c	0.79	15.55	4.62	1.49
d	0.53	10.37	3.08	0.99

Serie VIII	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
e	0.26	5.16	1.54	0.50
f	0.13	2.59	0.77	0.25
g	0.06	1.30	0.39	0.12

TABLA IX

Serie IX	Oxido Férrico %	Oxido Cálcico %	Sílice %	Alúmina %
a	1.68	25.44	7.85	2.00
b	1.01	15.26	4.72	1.20
c	0.67	10.18	3.14	0.80
d	0.34	5.09	1.57	0.40
e	0.17	2.54	0.79	0.20
f	0.06	1.27	0.39	0.10

A cada una de las muestras de las diversas series de los cementos sintéticos les fué determinada la intensidad absoluta como quedó previamente explicado.

Las tablas siguientes muestran el cálculo de la intensidad absoluta para los elementos hierro, calcio, silicio y aluminio.

hierro

Condiciones de operación:

Para radiación de Hierro:

2 θ = 57.62°

voltaje del tubo de centelleo 875

sin el empleo del análisis de altura de pulsos

40 KV - 20 mA.

Para radiación de Cobre;

$2\theta = 31.55^\circ$

voltaje del tubo de centelleo 750

crystal monocromador de Cloruro de Sodio

30 KV - 20 mA.

TABLA Fe-1

Serie I	I_r	μ	I_A
a	0.05274	1.45	0.07647
b	0.04706	1.22	0.05741
c	0.03884	1.05	0.04078
d	0.02638	1.12	0.02954
e	0.01536	0.81	0.01251

TABLA Fe-2

Serie II	I_r	μ	I_A
a	0.03195	1.51	0.04828
b	0.02833	1.16	0.03286
c	0.02346	1.17	0.02744
d	0.01658	1.04	0.01724
e	0.01065	0.89	0.00942

TABLA Fe-3

Serie III	I_r	μ	I_A
a	0.06845	1.27	0.08693
b	0.06290	1.33	0.08340

Serie III	I_r	μ	I_A
c	0.05587	1.25	0.06980
d	0.04411	1.11	0.04896
e	0.03102	0.93	0.02875
f	0.02157	0.87	0.01883
g	0.01595	0.81	0.01298

TABLA Fe-4

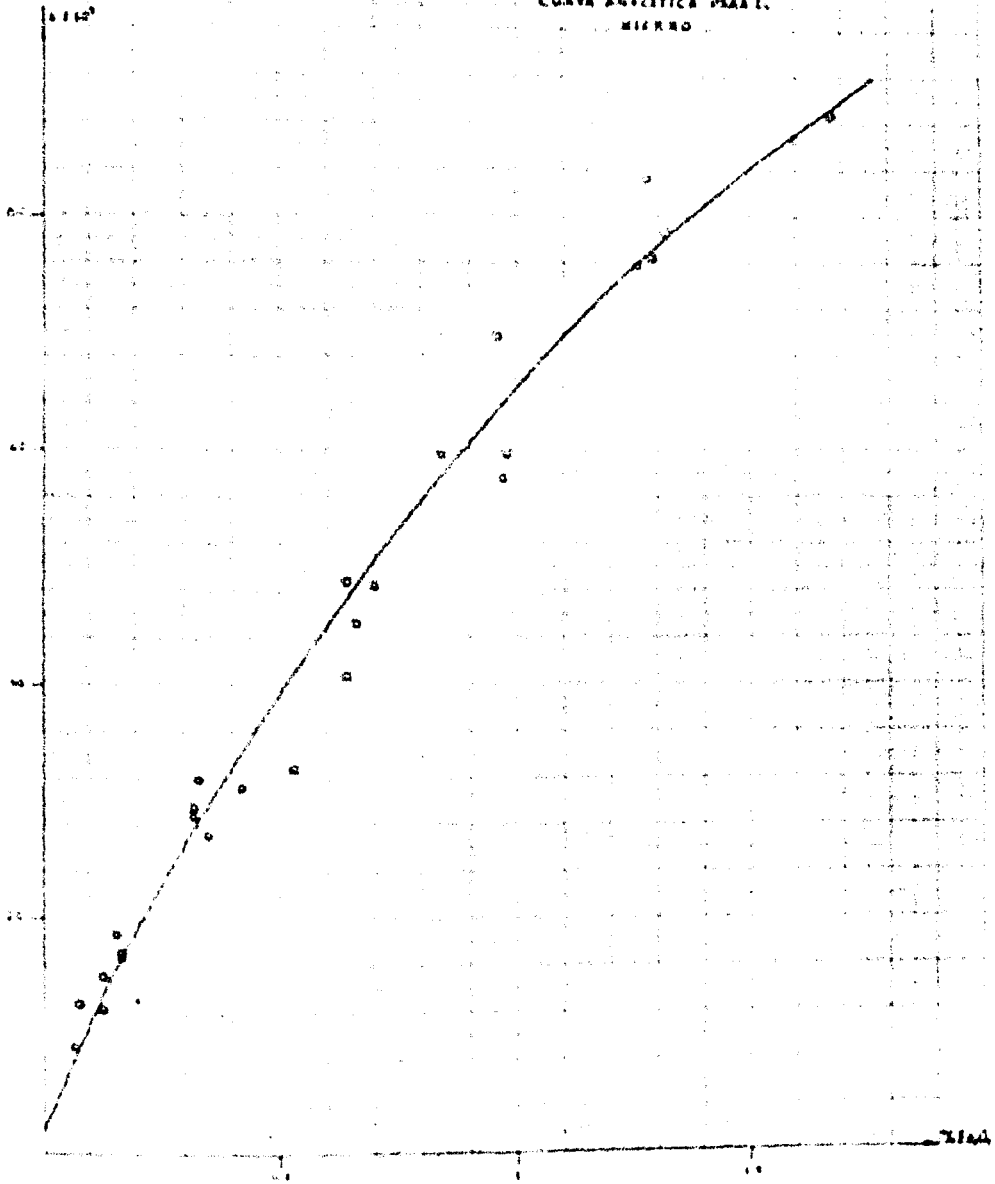
Serie IV	I_r	μ	I_A
a	0.05524	1.42	0.07844
b	0.04901	1.22	0.05979
c	0.04009	1.13	0.04530
d	0.02747	1.17	0.03214
e	0.01568	0.97	0.01519

TABLA Fe-5

Serie V	I_r	μ	I_A
a	0.06766	1.31	0.08863
b	0.05995	1.26	0.07558
c	0.04921	1.21	0.05954
d	0.03244	0.96	0.03114
e	0.01821	0.95	0.01730

Con estos valores de intensidad absoluta y la concentración de hierro en forma de porcentaje de óxido férrico se construyó la curva analítica para el hierro mostrada en la gráfica 1.

GRÁFICA 1.
CURVA ANALÍTICA PARA EL
MIEHRNO



CALCIO

Condiciones de operación:

Para radiación de Calcio;

$2\theta = 15.04^\circ$

voltaje del tubo proporcional de flujo 1475

sin el empleo del análisis de altura de pulsos

40 KV - 20 mA.

Para radiación de Cobre;

$2\theta = 31.55^\circ$

voltaje del tubo de centelleo 750

crystal monocromador de Cloruro de Sodio

30 KV - 20 mA.

TABLA Ca-1

Serie I	I_T	μ	I_A
a	0.4062	1.45	0.5890
b	0.3100	1.22	0.3782
c	0.2103	1.05	0.2208
d	0.1115	1.12	0.1249
e	0.0466	0.81	0.0380

TABLA Ca-2

Serie II	I_T	μ	I_A
a	0.3964	1.51	0.5984
b	0.3020	1.16	0.3503
c	0.2034	1.17	0.2379

Serie II	I_T	μ	I_A
d	0.1093	1.04	0.1136
e	0.0478	0.89	0.0425

TABLA Ca-3

Serie III	I_T	μ	I_A
a	0.3847	1.27	0.4885
b	0.3166	1.33	0.4201
c	0.2389	1.25	0.2986
d	0.1530	1.11	0.1698
e	0.0826	0.93	0.0766
f	0.0435	0.87	0.0379
g	0.0235	0.81	0.0191

TABLA Ca-4

Serie IV	I_T	μ	I_A
a	0.4000	1.42	0.5680
b	0.3043	1.22	0.3712
c	0.2035	1.13	0.2299
d	0.1046	1.17	0.1223
e	0.0450	0.97	0.0436

TABLA Ca-5

Serie V	I_T	μ	I_A
a	0.4025	1.31	0.5272
b	0.3077	1.26	0.3877

Serie V	I_r	μ	I_A
c	0.2055	1.21	0.2482
d	0.1046	0.96	0.1000
e	0.0447	0.95	0.0425

Con los valores de intensidad absoluta obtenidos y la concentración de calcio en forma de porcentaje de óxido cálcico se construyó la curva analítica para el calcio mostrada en la gráfica 2.

SILICIO

Condiciones de operación:

Para radiación de Silicio:

$2\theta = 78.40^\circ$

voltaje del tubo proporcional de flujo 1475
con el empleo del análisis de altura de pulsos

Amplitud 14

Atenúación 16

Ventana 16

44 KV - 20 mA.

Para radiación de Cobre:

$2\theta = 31.55^\circ$

voltaje del tubo de centelleo 750

crystal monocromador de Cloruro de Sodio

30 KV - 20 mA.

GRAFICO 2
CURVA ANALITICA PER IL
SALIZO

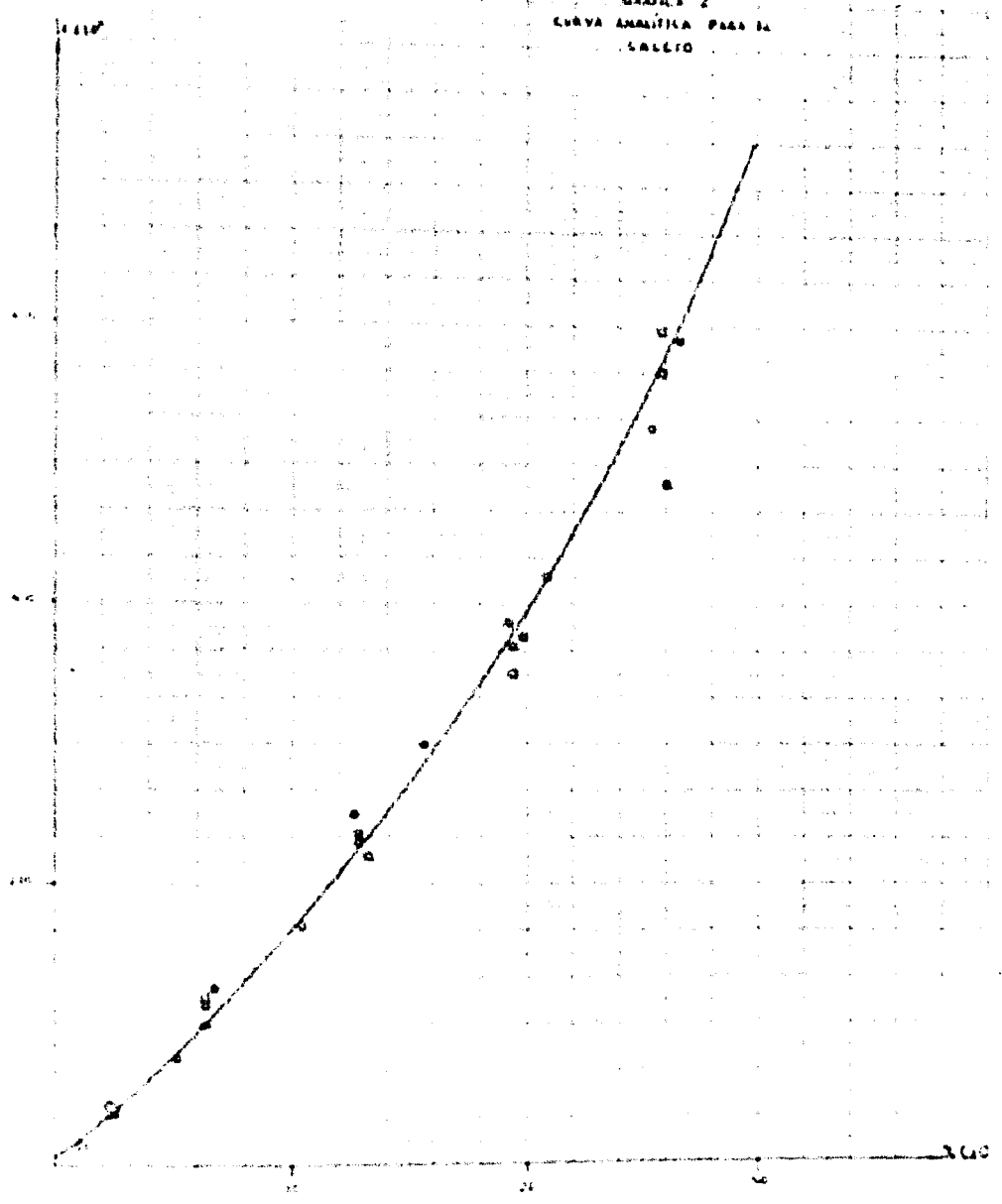


TABLA S1-1

Serie I	I_r	μ	I_A
a	0.08167	1.45	0.11840
b	0.04902	1.22	0.05980
c	0.02782	1.05	0.02921
d	0.01347	1.12	0.01508
e	0.00623	0.81	0.00508

TABLA S1-2

Serie II	I_r	μ	I_A
a	0.08361	1.51	0.12530
b	0.05015	1.16	0.05818
c	0.02693	1.17	0.03150
d	0.01367	1.04	0.01421
e	0.00710	0.89	0.00632

TABLA S1-3

Serie III	I_r	μ	I_A
a	0.09600	1.27	0.12190
b	0.06396	1.33	0.08487
c	0.04337	1.25	0.05421
d	0.02563	1.11	0.02844
e	0.01326	0.93	0.01229
f	0.00839	0.87	0.00732
g	0.00503	0.81	0.00410

TABLA S1-4

Serie IV	I_r	μ	I_A
a	0.07417	1.42	0.10530
b	0.04621	1.22	0.05637
c	0.02971	1.13	0.03357
d	0.01326	1.17	0.01551
e	0.00747	0.97	0.00723

TABLA S1-5

Serie V	I_r	μ	I_A
a	0.07479	1.31	0.09797
b	0.04641	1.26	0.05847
c	0.02598	1.21	0.03143
d	0.01294	0.96	0.01241
e	0.00652	0.95	0.00619

Con los valores de la intensidad absoluta obtenidos y la concentración de silicio en forma de porcentaje de sílice se construyó la curva analítica para el silicio mostrada en la gráfica 3.

ALUMINIO

Condiciones de operación:

Para radiación de Aluminio;

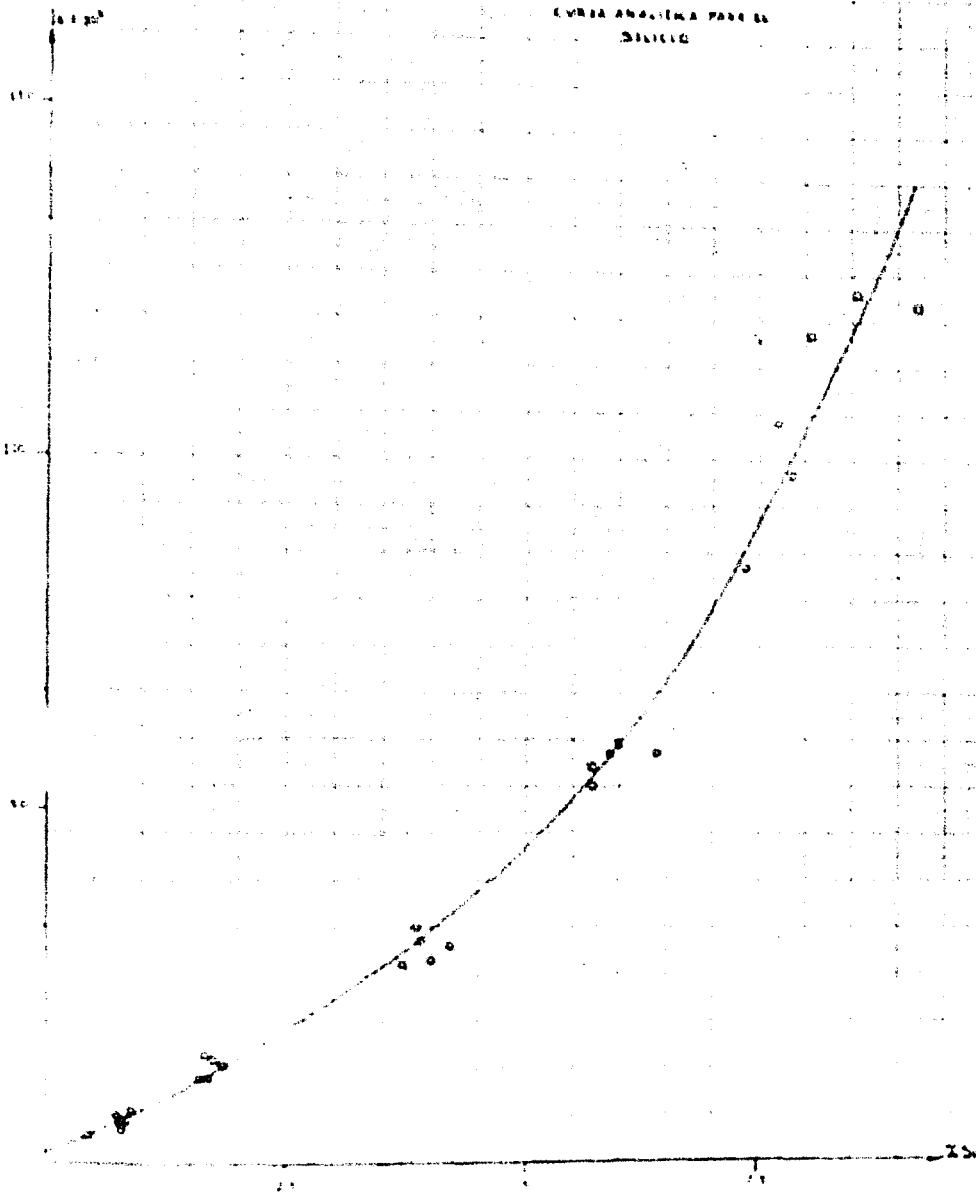
$2\theta = 113.25^\circ$

voltaje del tubo proporcional de flujo 1500

con el empleo del análisis de altura de pulsos

Amplitud: 14

GRAFICO 1
CURVA ANALITICA PARA EL
SILICIO



Atenuación 16
 Ventana 16
 44 KV - 20 mA.

Para radiación de Cobre;
 $2\theta = 31.55^\circ$
 voltaje del tubo de centelleo 750
 cristal monocromador de Cloruro de Sodio
 30 KV - 20 mA.

TABLA A1-1

Serie I	I_T	μ	I_A
a	0.01807	1.45	0.02620
b	0.01116	1.22	0.01361
c	0.00648	1.05	0.00580
d	0.00307	1.12	0.00343
e	0.00202	0.81	0.00165

TABLA A1-2

Serie II	I_T	μ	I_A
a	0.02318	1.51	0.03500
b	0.01348	1.16	0.01963
c	0.00797	1.17	0.00932
d	0.00358	1.04	0.00372
e	0.00172	0.89	0.00153

TABLA Al-3

Serie III	I_r	μ	I_A
a	0.02571	1.27	0.03265
b	0.01789	1.33	0.02374
c	0.01118	1.25	0.01397
d	0.00662	1.11	0.00735
e	0.00428	0.93	0.00397
f	0.00252	0.87	0.00219

TABLA Al-4

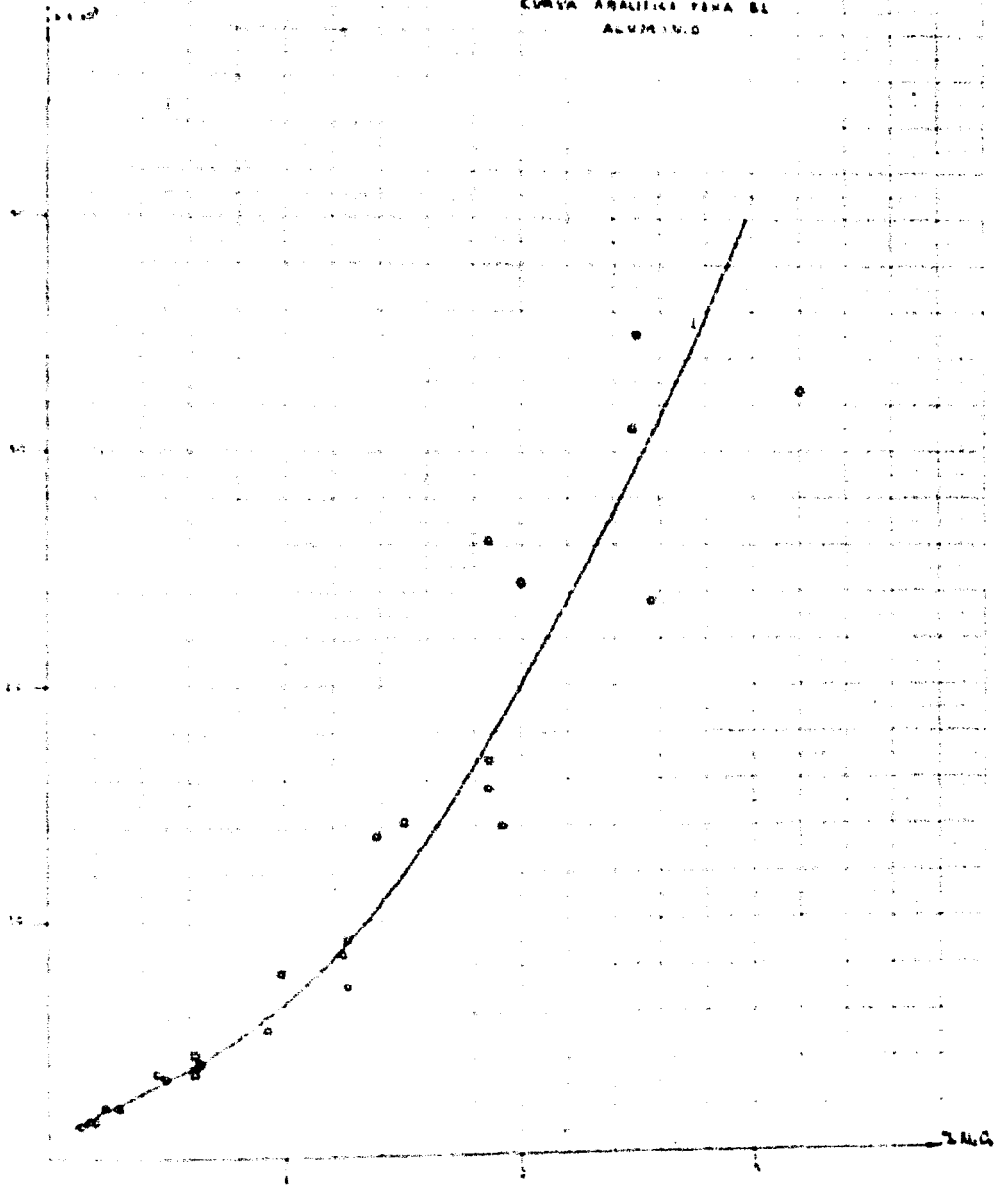
Serie IV	I_r	μ	I_A
a	0.02179	1.42	0.03094
b	0.01386	1.22	0.01690
c	0.00756	1.13	0.00854
d	0.00380	1.17	0.00445
e	0.00239	0.97	0.00232

TABLA Al-5

Serie V	I_r	μ	I_A
a	0.01802	1.31	0.02439
b	0.01135	1.26	0.01430
c	0.00628	1.21	0.00760
d	0.00354	0.96	0.00340
e	0.00166	0.95	0.00157

Con los valores de la intensidad absoluta y la contracción de aluminio en forma de porcentaje de alúmina se construyó la curva analítica para el aluminio mostrada en la

MAPIKA 9
CURVA ANALITICA PENA BL
ALUMINA D



gráfica 4.

Dichas curvas analíticas se emplearon para cuantificar los elementos dichos en las muestras derivadas de los cementos industriales.

A las series de muestras derivadas de los cementos industriales les fué determinada la intensidad absoluta en la forma explicada y en las mismas condiciones empleadas en la determinación de la intensidad absoluta de las muestras sintéticas.

Las tablas siguientes muestran el cálculo de la intensidad absoluta de las series derivadas de los cementos industriales.

Figura 6

TABLA Fe-6

Serie VI	I_r	μ	I_A
a	0.05132	1.48	0.07684
b	0.04772	1.46	0.06967
c	0.04232	1.30	0.05500
d	0.03526	1.13	0.03984
e	0.02537	1.08	0.02734
f	0.01713	0.85	0.01456
g	0.01231	0.79	0.00972

TABLA Fe-7

Serie VII	I_r	μ	I_A
a	0.03283	1.67	0.05482
b	0.03058	1.45	0.04452
c	0.02703	1.31	0.03554

Serie VII	I_F	μ	I_A
d	0.02380	1.16	0.02751
e	0.01666	1.03	0.01722
f	0.01258	0.88	0.01109
g	0.00886	0.85	0.00765

TABLA Fe-8

Serie VIII	I_F	μ	I_A
a	0.04996	1.51	0.07543
b	0.04656	1.47	0.06844
c	0.04115	1.33	0.05472
d	0.03492	1.12	0.03900
e	0.02409	1.09	0.02621
f	0.01616	0.94	0.01528
g	0.01142	0.83	0.00952

TABLA Fe-9

Serie IX	I_F	μ	I_A
a	0.06218	1.33	0.08270
b	0.05056	1.36	0.06876
c	0.04198	1.19	0.05029
d	0.02860	0.93	0.02668
e	0.01878	0.81	0.01517
f	0.01327	0.79	0.01057

CALCIO

TABLA Ca-6

Serie VI	I_r	μ	I_A
a	0.4734	1.48	0.6936
b	0.3914	1.46	0.5714
c	0.3034	1.30	0.3944
d	0.2083	1.13	0.2353
e	0.1079	1.08	0.1165
f	0.0560	0.85	0.0476
g	0.0320	0.79	0.0253

TABLA Ca-7

Serie VII	I_r	μ	I_A
a	0.4565	1.67	0.7623
b	0.3772	1.45	0.5492
c	0.2897	1.31	0.3809
d	0.1957	1.16	0.2262
e	0.0991	1.03	0.1025
f	0.0521	0.88	0.0459
g	0.0285	0.85	0.0244

TABLA Ca-8

Serie VIII	I_r	μ	I_A
a	0.4652	1.51	0.7024
b	0.3812	1.47	0.5603
c	0.2908	1.33	0.3867

Serie VIII

	I_T	μ	I_A
d	0.1997	1.12	0.2230
e	0.1036	1.09	0.1127
f	0.0528	0.94	0.0499
g	0.0290	0.83	0.0242

TABLA Ca-9

Serie IX

	I_T	μ	I_A
a	0.4557	1.33	0.6060
b	0.2854	1.36	0.3881
c	0.1949	1.19	0.2334
d	0.0989	0.93	0.0923
e	0.0533	0.81	0.0431
f	0.0294	0.79	0.0234

SILICIO

TABLA Si-6

Serie VI

	I_T	μ	I_A
a	0.07821	1.48	0.11570
b	0.05616	1.46	0.08199
c	0.03743	1.30	0.04856
d	0.02286	1.13	0.02583
e	0.01136	1.08	0.01226
f	0.00700	0.85	0.00595
g	0.00495	0.79	0.00391

TABLA S1-7

Serie VII	I_F	μ	I_A
a	0.08046	1.67	0.13460
b	0.05530	1.45	0.08051
c	0.03650	1.31	0.04800
d	0.02080	1.16	0.02404
e	0.01030	1.03	0.01065
f	0.00606	0.88	0.00534
g	0.00533	0.85	0.00455

TABLA S1-8

Serie VIII	I_F	μ	I_A
a	0.07390	1.51	0.11150
b	0.05274	1.47	0.07752
c	0.03424	1.33	0.04553
d	0.02080	1.12	0.02323
e	0.01025	1.09	0.01115
f	0.00534	0.94	0.00505
g	0.00378	0.83	0.00315

TABLA S1-9

Serie IX	I_F	μ	I_A
a	0.07839	1.33	0.10420
b	0.03600	1.36	0.04896
c	0.02111	1.19	0.02528
d	0.01211	0.93	0.01129
e	0.00679	0.81	0.00548
f	0.00424	0.79	0.00338

ALUMINIO

TABLA Al-6

Serie VI	I_T	μ	I_A
a	0.01554	1.48	0.02299
b	0.01036	1.46	0.01512
c	0.00749	1.30	0.00973
d	0.00453	1.13	0.00512
e	0.00271	1.08	0.00293
f	0.00162	0.85	0.00138

TABLA Al-7

Serie VII	I_T	μ	I_A
a	0.01811	1.67	0.03024
b	0.01230	1.45	0.01790
c	0.00798	1.31	0.01050
d	0.00484	1.16	0.00559
e	0.00272	1.03	0.00281
f	0.00183	0.88	0.00161

TABLA Al-8

Serie VIII	I_T	μ	I_A
a	0.01906	1.51	0.02878
b	0.01382	1.47	0.02031
c	0.00925	1.33	0.01230
d	0.00580	1.12	0.00647

TABLA A1-9

Serie IX	I_r	μ	I_A
a	0.01553	1.33	0.02065
b	0.00732	1.36	0.00995
c	0.00424	1.19	0.00508
d	0.00305	0.93	0.00284

CAPITULO IV

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Los valores resultantes y la comparación de estos con los del análisis químico aparecen en las tablas siguientes:

HIJERRO

TABLA Fe-10

Serie VI	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	1.28	1.29	1
b	1.09	1.03	5
c	0.78	0.78	0
d	0.49	0.51	4
e	0.28	0.25	10
f	0.13	0.13	0
g	0.06	0.06	0

TABLA Fe-11

Serie VII	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	0.77	0.70	9
b	0.56	0.56	0
c	0.42	0.42	0
d	0.28	0.28	0
e	0.16	0.14	12

* Datos encontrados por métodos de vía húmeda.

Serie VII	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
f	0.08	0.07	12
g	0.03	0.03	0

TABLA Fe-12

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	1.24	1.32	6
b	1.06	1.06	0
c	0.77	0.79	2
d	0.48	0.53	10
e	0.27	0.26	4
f	0.13	0.13	0
g	0.06	0.06	0

TABLA Fe-13

Serie IX	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	1.46	1.68	13
b	1.07	1.01	6
c	0.67	0.67	0
d	0.28	0.34	15
e	0.14	0.17	15
f	0.07	0.08	12

ERROR RELATIVO PROMEDIO = 6 %

CALCIO

TABLA Ca-10

Serie VI	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	28.8	26.49	8
b	26.0	21.19	18
c	20.1	15.89	21
d	12.8	10.59	17
e	7.0	5.29	24
f	2.8	2.65	5
g	1.3	1.32	2

TABLA Ca-11

Serie VII	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	30.1	25.77	14
b	25.5	20.61	19
c	19.6	15.46	21
d	12.5	10.30	18
e	6.2	5.15	17
f	2.6	2.57	1
g	1.2	1.28	6

TABLA Ca-12

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	29.0	25.92	10
b	25.7	20.74	19
c	19.8	15.55	21
d	12.4	10.37	16

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico ^a	Error relativo %
e	6.8	5.18	24
f	3.0	2.59	14
g	1.2	1.30	8

TABLA Ca-13

Serie IX	% Encontrado	% Teórico ^a	Error relativo %
a	26.9	25.44	5
b	19.8	15.26	23
c	12.8	10.18	20
d	5.4	5.09	6
e	2.5	2.54	2
f	1.2	1.27	5

ERROR RELATIVO PROMEDIO = 13 %

SILICIO

TABLA Si-10

Serie VI	% Encontrado	% Teórico ^a	Error relativo %
a	8.35	8.03	4
b	7.00	6.43	8
c	5.25	4.82	8
d	3.21	3.21	0
e	1.40	1.60	12
f	0.70	0.80	12
g	0.40	0.40	0

TABLA S1-11

Serie VII	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	9.05	8.54	6
b	6.95	6.83	2
c	5.20	5.12	2
d	3.05	3.41	10
e	1.30	1.70	23
f	0.60	0.85	29
g	0.45	0.42	7

TABLA S1-12

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	8.20	7.70	6
b	6.80	6.16	9
c	5.00	4.62	8
d	3.00	3.08	2
e	1.50	1.54	3
f	0.60	0.77	22
g	0.35	0.39	10

TABLA S1-13

Serie IX	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	7.90	7.86	1
b	5.25	4.72	10
c	3.20	3.14	2
d	1.45	1.57	8
e	0.60	0.79	24
f	0.35	0.39	10

ERROR RELATIVO PROMEDIO = 8 %

ALUMINIO

TABLA Al-10

Serie VI	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	2.18	1.86	15
b	1.73	1.47	14
c	1.31	1.12	14
d	0.83	0.74	10
e	0.47	0.37	20
f	0.18	0.18	0

TABLA Al-11

Serie VII	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	2.53	2.50	1
b	1.88	2.00	6
c	1.40	1.50	7
d	0.92	1.00	8
e	0.46	0.50	8
f	0.23	0.25	8

TABLA Al-12

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico*	Error relativo %
a	2.48	2.48	0
b	2.04	1.98	3
c	1.54	1.49	3
d	1.02	0.99	3

TABLA Al-13

Serie IX	% Encontrado	% Teórico ^a	Error relativo %
a	2.05	2.00	2
b	1.36	1.20	11
c	0.84	0.80	5
d	0.46	0.40	13

ERROR RELATIVO PROMEDIO = 7 %

Se advierte en el caso del calcio que los errores relativos resultan demasiado elevados, y en todo caso el análisis químico por vía húmeda resulta sistemáticamente abajo del valor obtenido por rayos X.

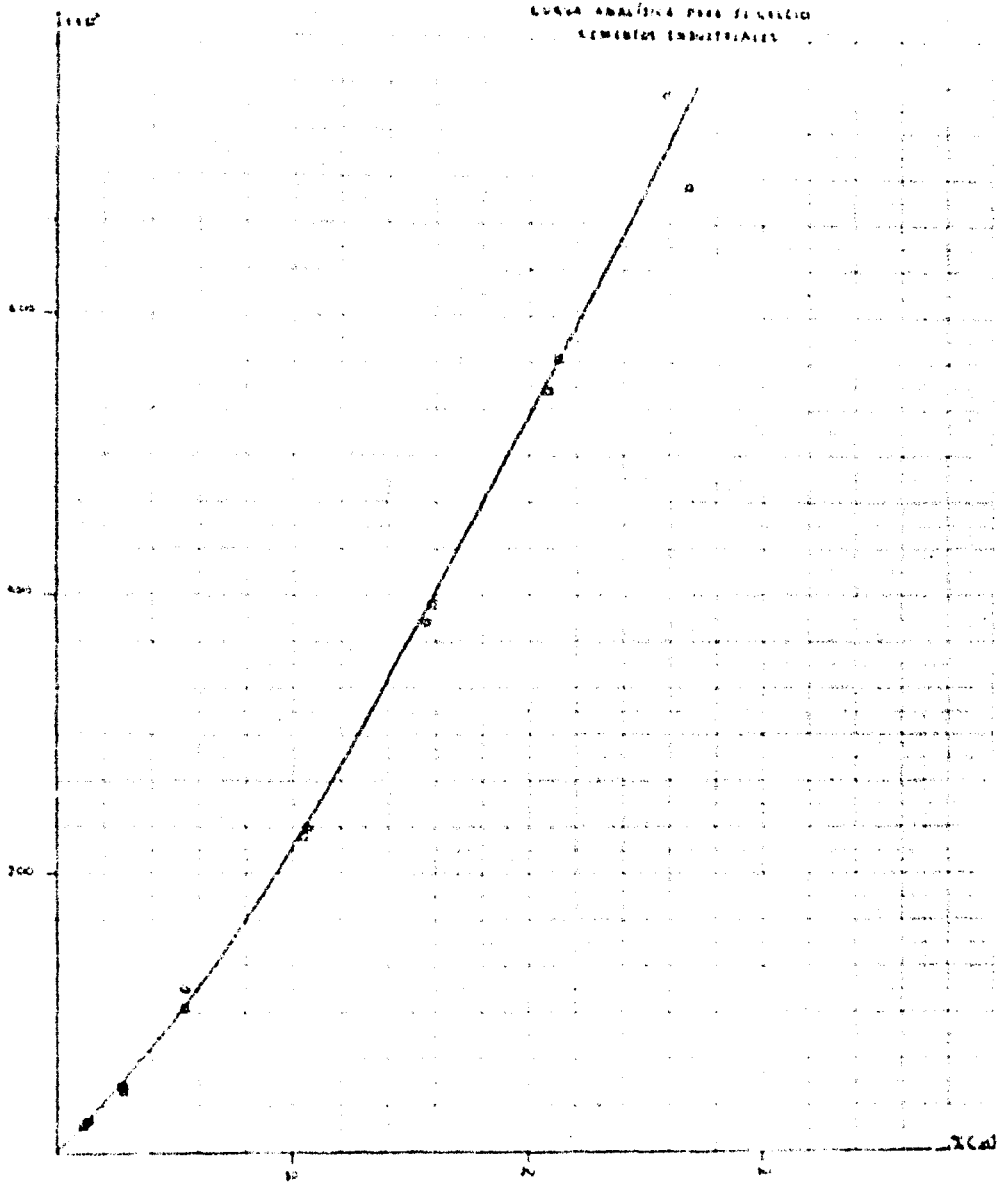
Sin embargo, cuando el análisis de los cementos industriales se hace sobre una curva analítica de intensidad absoluta vs concentración construida con los valores de las muestras derivadas de dos cementos industriales, los errores relativos salen considerablemente menores.

Las tablas siguientes muestran el cálculo del porcentaje de calcio de dos series derivadas de los cementos industriales a partir de la curva analítica (mostrada en la gráfica 5), obtenida con los valores de otras dos series derivadas de los cementos industriales.

TABLA Ca-14

Serie VIII	% Encontrado	% Teórico ^a	Error relativo %
a	25.20	25.92	2
b	20.90	20.74	1
c	15.55	15.55	0

TABLE 3
LONGA ANALYSIS FOR SELECTION
SEWERS INDUSTRIAL



Serie VIII	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
d	10.20	10.37	1
e	5.60	5.18	7
f	2.59	2.59	0
g	1.30	1.30	0

TABLA Ca-15

Serie IX	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	22.40	25.44	12
b	15.70	15.26	3
c	10.50	10.18	3
d	4.50	5.09	11
e	2.40	2.54	5
f	1.27	1.27	0

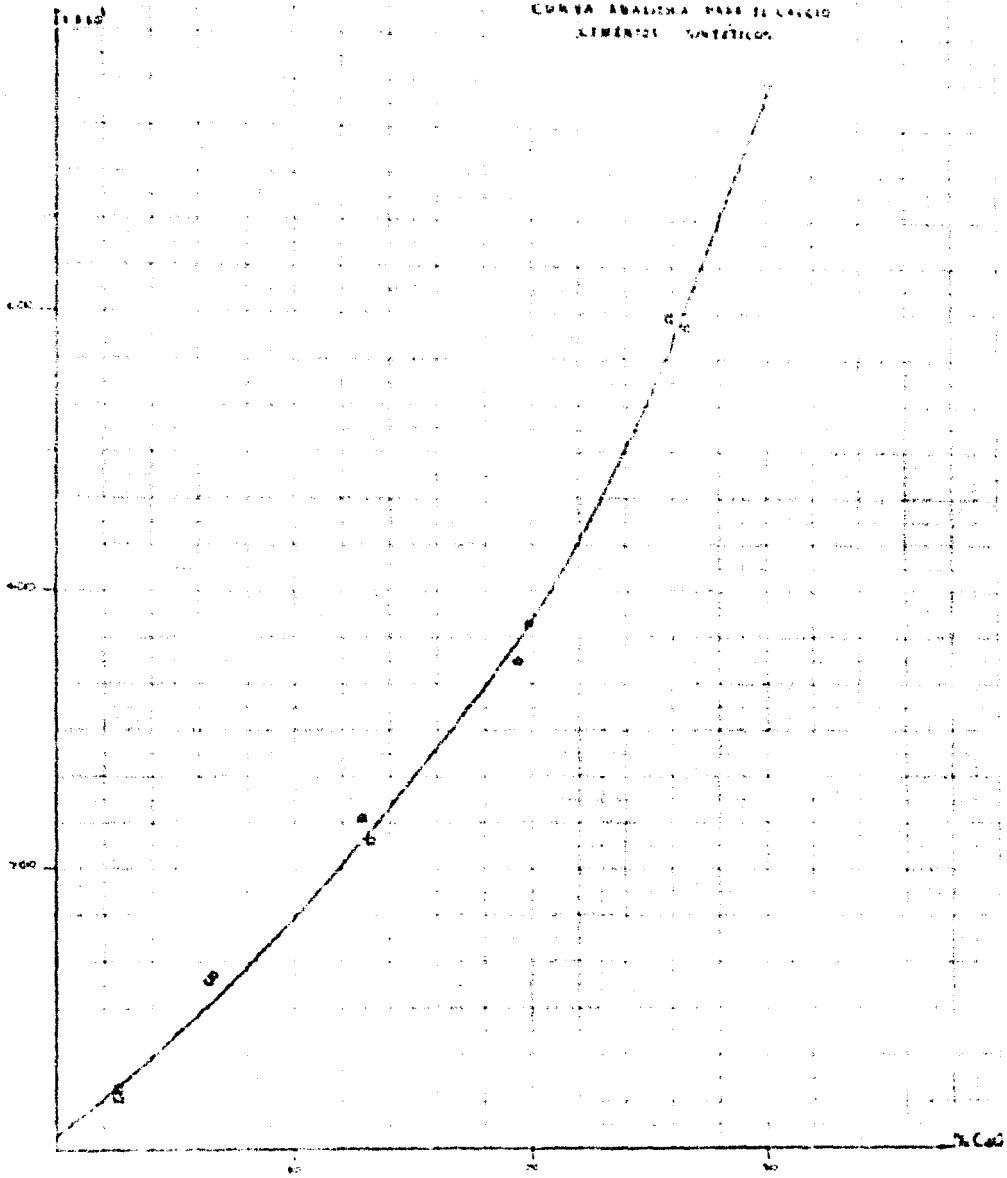
ERROR RELATIVO PROMEDIO = 3 %

Lo mismo acontece con los cementos sintéticos. Dos series de muestras son empleadas para obtener la relación in tensidad absoluta vs concentración (mostrada en la gráfica 6), y en ella son cuantificadas las muestras restantes. Aquí también se reducen los errores como se demuestra en las tablas siguientes:

TABLA Ca-16

Serie III	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	23.60	26.00	9
b	21.40	20.80	3

GRÁFICA 4
CURVA ANALÍTICA PARA EL LAZIO
ELEMENTOS QUÍMICOS



Serie III	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
c	16.50	15.60	5
d	10.30	10.40	1
e	5.00	5.20	4
f	2.40	2.60	8
g	1.20	1.30	8

TABLA Ca-17

Serie IV	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	25.80	25.92	1
b	19.60	19.44	1
c	13.40	12.96	3
d	7.50	6.48	13
e	2.70	2.59	4

TABLA Ca-18

Serie V	% Encontrado	% Teórico ^o	Error relativo %
a	24.70	25.44	3
b	20.10	19.08	5
c	14.20	12.72	10
d	6.40	6.36	1
e	2.60	2.54	2

ERROR RELATIVO PROMEDIO = 5 %

Así pues, se ha demostrado que el método de la Intensidad Absoluta es aplicable en la determinación de los elementos hierro, calcio, silicio y aluminio en los cementos

industriales.

Los resultados cuantitativos son obtenidos a partir de muestras constituidas por sustancias químicamente puras, son aceptables desde el punto de vista de los errores involucrados, excepto tal vez para el calcio.

El procedimiento seguido en la preparación de las muestras es simple y limpio.

La determinación cuantitativa puede efectuarse tantas veces como se requiera ya que la muestra no se destruye.

El tiempo que se requiere para la determinación de los cuatro elementos en una muestra, una vez preparada ésta, es aproximadamente de treinta minutos, el método pues es rápido.

CAPITULO V

B I B L I O G R A F I A.

- 1.- Cano C.O. y de Rivera L.F., *Revista Mexicana de Física*, Vol. 2, México, (1962), 79.
- 2.- Sánchez V.T., *Tesis Profesional*, México, (1962), 11.
- 3.- Buwalda J., *Philips Application Data*, Vol. 1, N° 32, Holanda, (1960).
- 4.- Buwalda J., *Philips Application Data*, N° 39, Holanda, (Dic. 24, 1962).
- 5.- Lenhart W., *Philips Electronics, Inc., Instruments Div. Mount Vernon, Nueva York*, (Marzo, 1958).
- 6.- Klug H., *X-Ray Diffraction Procedures*, J. Wiley & Sons, Nueva York, (1954), Cap. II.
- 7.- Clark J.I., *Applied X-Rays*, Mc Graw Hill B.C. Inc., Nueva York, (1955), 75 - 120.
- 8.- Philips, *X Ray Analytical Equipment, Science and Industry*, (1954), 5 - 32.
- 9.- Cullity B.D., *Elements of X Ray Diffraction*, Addison Wesley, Massachusetts, (1956), 1 - 20.

- 10.- Davey W.P., A Study of Crystal Structure and Its Applications, Mc Graw Hill, Nueva York, (1934), 579.
- 11.- Birks L.S., X Ray Spectrochemical Analysis, Interscience, Nueva York, (1959), 12-22.
- 12.- Guinier A., Rev. Universelle des Mines, 91ème série, 18 N° 4, (1961), 143.
- 13.- Clark G., The Encyclopedia of Spectroscopy, Reinhold Publishing, Nueva York, 1961, 73-77.
- 14.- Pastrana L. y Cano C., Revista de la Sociedad Química, Vol. 3, N° 1, México, (1958), 22.
- 15.- Lonafale R., Crystals and X Ray, Bell & Sons, Londres, (1948), 7-12.
- 16.- Lipsch y Taylor, Fourier Transforms and X Ray Diffraction, G. Bell, Londres, (1968), 48.
- 17.- Bragg L., The Crystalline State, Vol. 1, Bell & Sons, Londres, (1955), Cap. II.
- 18.- Lambert M.C., Norelco Reporter VI, (1959), 37.
- 19.- Powers M.C., X Ray Fluorescent Spectrometer Conversion Tables, Philips Electronics Inc., Instruments Division, Mount Vernon, Nueva York, (1957).
- 20.- de Vries J.L., Rev. Universelle des Mines, 91ème série, 18 N° 4, (1961), 173.

- 21.- Schall W., Chemical Engineering, (Junio 12, 1961), 228.
- 22.- Beattie H.C. y Briley R.M., Analytical Chemistry, N° 26, (1954), 950.
- 23.- Liehafsky H.A., Analytical Chemistry, N° 26, (1954).
- 24.- Berl, Lunge y D'ama, Métodos de Análisis Químico Industrial, Labor S.A., Barcelona, (1946), 350-488.
- 25.- Claitor F., Nucleo Reporter, Vol. 4, Nueva York, (1954), 1-6.