

ANÁLISIS NO DESTRUCTIVO DE ALEACIONES POR FLUORESCENCIA DE RAYOS X

Olivera P. ⁽¹⁾ polivera@ipen.gob.pe

(1) Departamento de Química – IPEN / Lima, Perú

RESUMEN

Se ha implementado un procedimiento de análisis multielemental de aleaciones utilizando un método no destructivo. El método se basa en el bombardeo directo de la muestra con un haz de rayos gamma proveniente de una fuente de Am-241 y mediante la evaluación del espectro de fluorescencia de rayos-x obtenido, se identifica y cuantifica los elementos presentes. Para la evaluación de los espectros se utilizó el software Quantitative X-Ray Analysis System (QXAS) Versión 3.5 y el método de sensibilidad elemental, proporcionado por el OIEA. El método es aplicable a aleaciones de Au, Ag, Cu, Ni, Zn, Pd, etc. en concentraciones del orden de % con un error de $\pm 5\%$. Puede ser utilizado como una herramienta de control de calidad en joyas

ABSTRACT

A procedure has been implemented for multielemental analysis of alloys using a nondestructive method. The method is based on the direct bombing of the sample with a beam of gamma photons from Am-241 source, and by the evaluation the spectrum obtained, the present elements are identified and quantifies. For the evaluation the spectrum, the software Quantitative X-Ray Analysis System (QXAS) version 3.5, and Elemental Sensitivities Method, provided by the IAEA was used. The method is applicable to alloys of Au, Ag, Cu, Ni, Zn, Pd, etc. in concentrations the order % with an error of $\pm 5\%$ It can to be used as the quality control of jewels.

1. INTRODUCCION

El tiempo dedicado a la elaboración de objetos de joyería, el alto costo de la materia prima utilizada, la necesidad de garantizar la calidad del producto y los procedimientos de análisis convencionales, muchas veces no van de la mano ya que requieren de la destrucción del

objeto a analizar con las consecuentes pérdidas de tiempo y dinero.

La técnica de análisis por fluorescencia de rayos-x en energía dispersiva, independientemente del tamaño de la muestra es capaz de determinar la concentración de sus elementos presentes sin necesidad de destruirla, simplemente exponiendo una superficie representativa de ella con un haz de fotones gamma.

2. FUNDAMENTO TEORICO

Los fotones gamma de 59.5 KeV que emite el Am-241, al interactuar con los electrones de un átomo expulsan a estos generando un hueco, el que es inmediatamente cubierto con un electrón superior (de una capa superior) generando como consecuencia la emisión de rayos X característicos del elemento irradiado; estos rayos X permiten identificar y cuantificar al elemento en cuestión. Mediante la determinación de la sensibilidad elemental de algunos elementos estándar; con:

$$S_i = \frac{I_i * f_A}{t * A * C_i}$$

Donde:

- S_i** Sensibilidad del elemento *i*
- I_i** Área neta del pico de la línea característica del elemento *i*
- f_A** Factor de Absorción
- t** tiempo de conteo
- A** Actividad de la fuente radiactiva
- C_i** Concentración de elemento *i*

Se tratan separadamente las líneas $K\alpha$ de las líneas $L\alpha$. El ajuste a una función polinomial de las sensibilidades elementales calculadas con el número atómico Z del elemento *i*, mediante:

$$\frac{S_i(Z)}{\mu_m(Z)} = a_0 + a_1 \cdot Z + a_2 \cdot Z^2 + a_3 \cdot Z^3 + \dots$$

o

$$\log \left[\frac{S_i(Z)}{\mu_m(Z)} \right] = b_0 + b_1 \cdot Z + b_2 \cdot Z^2 + b_3 \cdot Z^3 + \dots$$

Donde:

$\mu_m(Z)$ es el coeficiente de atenuación másico para el elemento cuyo número atómico es Z

Este procedimiento calcula la sensibilidad como una función del número atómico, lo más importante, es que calcula por interpolación y extrapolación, las sensibilidades de elementos no disponibles en el laboratorio.

3. EQUIPOS Y MATERIALES

Fuente de excitación:

Am-241

Actividad: 25 mCi

Período de Semidesintegración: 458,4a

Sistema de Espectrometría de Rayos X:

1. Detector de Silicio – Litio, marca ORTEC, Modelo SLP 10190
2. Fuente de alto voltaje Marca ORTEC, Modelo 459
3. Amplificador marca CANBERRA, Modelo 2025
4. Portanim BNC Modelo AP-2H.
5. Osciloscopio Marca TRIO Modelo CS-1830.
6. Tarjeta multicanal Modelo PCA (NUCLEUS) incorporado a una computadora AT/ 386 Marca DATAWORLD con procesador matemático (monitor Modelo VGA Marca VIEWSONIC)

4. TRABAJO EXPERIMENTAL

Geometría de irradiación: Se muestra en la figura 1.

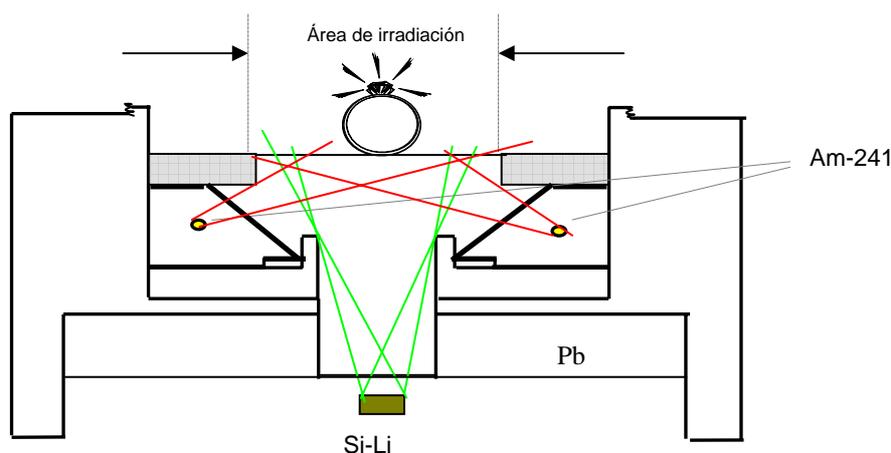


Figura 1. Geometría de irradiación directa de muestras con Am-241

Calibración del Sistema:

Se utilizó láminas metálicas de 99.99% de pureza de Ti, Ni, Cu, Pb, Ta y pastillas de KBr, U₃O₈, HgCl₂, Sr((NO)₃) y SnCl₂ de alta pureza que fueron irradiados por 200 s, para generar un archivo de calibración por el método de sensibilidad elemental.

Preparación de la muestra:

Se ubicó la muestra, previamente se limpió la superficie, sobre un mylar, dentro del área de

irradiación, en una posición al azahar (Fig. 1) y se irradió por 500 segundos; se repitió este paso por 10 veces variando, cada vez, la zona de exposición.

Se evaluaron los espectros acumulados (fig. 4), se identificó los elementos presentes y se determinó las concentraciones de los mismos utilizando el archivo de calibración cuyas curvas se muestran en las figuras 2 y 3.

Calibration file: C:\AKIL\SPECT\AM-241\CALIBRA\AM241-02.CAL
 Created on: 06-24-2002 Calibration date: 07-12-2002

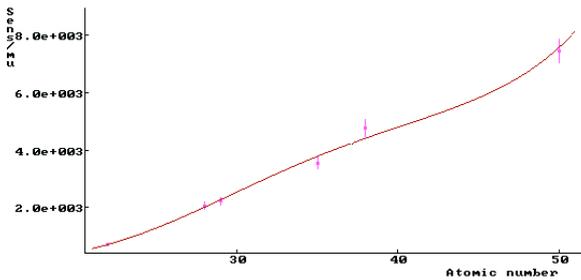


Figura 2. Curva de calibración en base a sus líneas K

Calibration file: C:\AKIL\SPECT\AM-241\CALIBRA\AM241-02.CAL
 Created on: 06-24-2002 Calibration date: 07-12-2002

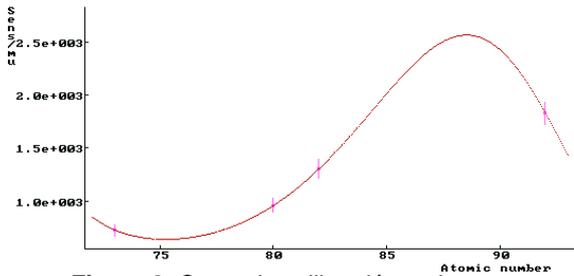


Figura 3. Curva de calibración en base a sus líneas L

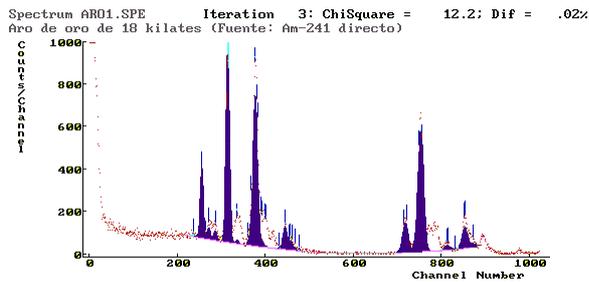


Figura 4. Espectro de Fluorescencia de Rayos X de un aro de oro de 18 K

Tabla 1. Resultados del análisis de una sortija de oro de 18 K

Elemento	Conc. %	σ	CV
Cu	23.12	0.93	4.03
Zn	< 1.2		
Pd	0.80	0.03	3.72
Ag	3.26	0.18	5.56
Au	72.70	1.00	1.38

Tabla 2. Resultados del análisis de una medalla de oro de 18 K, irradiado en 10 diferentes áreas de su superficie.

Elemento	Prom	σ	CV
Ni	1,60	0,24	15,21
Cu	23,22	0,25	1,09
Zn	0,61	0,23	37,82
Pd	0,23	0,03	13,04
Ag	3,40	0,14	4,23
Au	70,94	0,19	0,27

Tabla 3. Resultados del análisis de la misma medalla de oro de 18 K, variando la posición de la pieza en el area de irradiación.

Elemento	Prom	σ	CV
Ni	2,75	1,38	50,18
Cu	27,64	2,44	8,84
Zn	1,15	0,61	52,68
Pd	0,13	0,03	21,68
Ag	2,67	0,35	13,22
Au	65,99	4,34	6,57

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El método parte de la premisa de que la muestra es homogénea, de matriz conocida, representativa y no tiene películas superficiales (bañado).

De la Tabla 2, se puede concluir que la muestra es homogénea y se observa un buen grado de precisión en los valores obtenidos.

De la Tabla 3, se puede observar, que para casos de muestras pequeñas, como sortijas, medallas u otros objetos cuya dimensión sea menor al área de irradiación es importante que la muestra esté ubicada en el punto central del área de irradiación, donde se ha encontrado concentraciones en el rango de valores mostrados en la Tabla 2.

6. CONCLUSIONES

Pese a utilizar solo K, Ti, Ni, Cu, Br, Sr, Sn, Ta, Hg, Pb, y U, la técnica permite determinar elementos cuyo $18 < Z < 51$ mediante sus líneas K y elementos cuyo $72 < Z < 93$.

Es una técnica versátil, que permite analizar diferentes tipos de muestras, como: metales

puros y diversas aleaciones como soldaduras y bronce.

Es posible detectar al mismo tiempo varios elementos presentes en el material de análisis.

La técnica es NO DESTRUCTIVA, ya que el material puede ser utilizado sin problemas después del análisis.

Es rápida, con buena precisión y bajo costo. Puede ser utilizado como una herramienta de control de calidad en joyas.

7. REFERENCIAS

- [1] Manual de software Quantitative X-Ray Analysis System (QXAS) Version 3.5
- [2] Bertín E. Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis, 1979