

# SISTEMA PARA EL ANÁLISIS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X.

Suárez Caner E., Arista Romeu E., Osorio Delís J.F., Cabal Rodríguez A.E., Díaz García A., Noriega Scull C., López Torres E., Medina Martín D., Valdés Fuentes M.  
Centro de Estudios Aplicados al Desarrollo Nuclear.

## RESUMEN.

La espectrometría de rayos X dispersiva en energía es una técnica instrumental que permite el análisis elemental para todos los elementos con número atómico mayor que 11 (Na). Un analizador de fluorescencia de rayos X se realizó por primera vez en el país por un grupo de investigadores de diferentes especialidades del CEADEN. El sistema está conformado por un bloque de detección con un detector de Silicio-Litio que posee una resolución energética de 185 eV, un espectrómetro de 4096 canales acoplado a una computadora IBM compatible y un software especializado para realizar el análisis espectral, el cuantitativo y el estadístico. Contar con un analizador de fluorescencia de rayos X dispersivo en energía propicia la promoción e introducción de la fluorescencia de rayos X como técnica analítica nuclear en diferentes sectores socio-económicos del país.

## ABSTRACT.

Energy - dispersive X ray fluorescence spectrometry is the instrumental technique which allows the elemental analysis for all elements with atomic number greater than 11 ( Na) . The analyzer for X - ray fluorescence was made by the group of researchers from different specialties of the Center of Applied Studies for Nuclear Development (CEADEN). The system is conformed by the detection unit with the Silicon - Lithium detector which has an energy resolution of 185 eV, the 4096 channel spectrometer in connection with a microcomputer IBM compatible and specialized software, wich allows the spectral, quantitative and statistic analysis. Therefore the analyzer of X ray fluorescence will support the promotion, and introduction of X - ray fluorescence as a nuclear analytical technique in different branches of our economy.

## 1.INTRODUCCION.

La espectrometría de fluorescencia de rayos-X dispersiva en energía (FRXDE) es una técnica instrumental que permite el análisis elemental para todos los elementos con número atómico mayor que 11 (Na). La FRXDE se basa en el fenómeno de que cuando una muestra es excitada por una fuente primaria de rayos-X, ocurren transiciones de los electrones de la envoltura. A estas transiciones va asociada una emisión de fotones de rayos-X; cuya energía es característica del elemento específico presente. Estos rayos X emitidos son detectados con un detector de estado sólido de Silicio compensado con Litio acoplado a un sistema espectrométrico y a una computadora programada para calcular la composición elemental de la muestra.

La FRXDE combina tres atributos importantes que no se encuentran reunidos en otras técnicas:

- las muestras pueden ser analizadas en formas sólidas o líquidas, frecuentemente sin preparación previa,
- el método tiene un rango dinámico tal que permite el análisis simultáneo de elementos con una concentración de varios ppm hasta altos niveles de % en peso en la misma muestra,
- es totalmente no destructiva.

Usando la FRXDE, un tiempo de análisis de pocos segundos será generalmente suficiente para obtener una identificación positiva de los elementos presentes, y un poco más de tiempo permitirá un análisis cuantitativo exacto.

El modelo FRAX 703 es un sistema espectrométrico de 4096 canales, conformado especialmente

para realizar la fluorescencia de rayos X dispersiva en energía.

## 2. DATOS TECNICOS.

### 2.1. Sistema de detección 1002.

- tipo: semiconductor Si(Li).
- área activa:  $28\text{mm}^2$
- resolución energética  $< 200\text{ eV}$ .
- volumen del Dewar: 40 l.
- preamplificador con retroalimentación óptica.

### 2.2. Fuente de alto voltaje 4005.

- Voltaje máximo de salida: 2000 V.
- Corriente máxima de salida: 2 mA.
- Polaridad de salida: positiva y negativa (selector interno).
- Ondulación o rizado: no mayor que 10 mVpp (a plena carga).
- Protección contra sobrevoltaje y sobrecarga.
- Estabilidad de voltaje:  $\pm 0.1\%/h$ .
- Regulación con carga:  $\pm 0.25\%$
- Estabilidad térmica:  $\pm 0.01\%/^{\circ}\text{C}$ .
- Indicación digital  $3 \frac{1}{2}$ .
- Módulo NIM doble ancho.

### 2.3. Amplificador 1503.

- Ganancia regulable de forma continua desde 3 hasta 3900 mediante los controles de ganancia gruesa y fina.
- Impedancia de entrada:  $1\text{ K}\Omega$ .
- Impedancia de salida:  $< 1\ \text{ó}\ 93\ \Omega$ .
- Ruido equivalente en la entrada:  $< 5\ \mu\text{V}$ .
- Pulsos de salida unipolares semigaussianos.
- Nolinealidad integral:  $< 0.1\%$ .
- Módulo NIM simple ancho.

### 2.4. Analizador multicanal TAM-CAD 2003.

- Número de canales: 2048.
- Resolución: 12 bits (variable en 8, 9 y 10 bits)
- Capacidad de conteos por canales:  $2^{24}-1$
- Tiempo muerto: 15  $\mu\text{s}$
- Nolinealidad diferencial: 1%.
- Nolinealidad integral: 0.05%.
- Módulo NIM simple ancho y tarjeta en norma IBM.

### 2.5. Soporte en norma NIM y fuente de alimentación 4503.

- Soporte para 8 módulos NIM simple ancho.
- Voltaje de entrada 110/220 V (seleccionable).
- Fluctuaciones de voltaje: de +10% a -15%.
- Frecuencia: de 47 Hz a 64 Hz.

-Voltajes de salida:  $\pm 12, \pm 24\text{ V}$ .

-Corriente de salida: 1 A.

-Ondulación:  $\pm 0.75\%$ .

-Módulo NIM doble ancho.

### 2.6. Aseguramiento matemático:

- Programas para análisis espectral.
- Programas para análisis semicuantitativo y cuantitativo.
- Programas para el análisis estadístico.

## 3. FUNCIONAMIENTO.

El esquema en bloques del modelo FRAX 703 se muestra en la Fig.1.

El detector de Si(Li) 1002 es el eslabón fundamental del sistema: Consta de un dispositivo semiconductor como elemento de detección del tipo p-i-n, formado por la compensación producida por la deriva de Litio en Silicio de tipo p, como resultado de un proceso tecnológico controlado.

El detector incluye además, un criostato para nitrógeno líquido de configuración vertical, un termo de Dewar y un preamplificador. El preamplificador es sensible a carga, convirtiendo la corriente producida en el detector en voltaje. Posee el FET de entrada enfriado y retroalimentación óptica con el objetivo de disminuir el ruido. Consta de una salida de inhibición para el mejoramiento de la resolución.

La polarización del detector se realiza por medio de la fuente de alto voltaje 4005. Esta fuente es en esencia un convertidor corriente directa-corriente directa constituido por un oscilador, una referencia de voltaje, un circuito excitador, transistores en push-pull con transformador, multiplicador de tensión, filtros, lazo de regulación y protecciones.

Dentro del sistema de espectrometría nuclear el amplificador espectroscópico, cumple con la función de adecuar el impulso procedente del detector (después de pasar por el preamplificador) a los requerimientos del conversor análogo digital. Estos requerimientos son fundamentalmente: amplificación, conformación y estabilización de la línea de base. Esto permite utilizar totalmente el intervalo dinámico del conversor y

asegurar una resolución máxima, mediante la optimización de la relación señal a ruido, así como la estabilidad en el trabajo del sistema. El amplificador 1503 está constituido por los siguientes circuitos: etapas de amplificación, integrador de polos complejos, circuito restaurador de la línea de base.

El analizador multicanal TAM-CAD de 4096 canales está destinado para el análisis por amplitud de los pulsos provenientes del amplificador. El mismo está compuesto por dos tarjetas, una adicional a una microcomputadora IBM XT/AT o compatible y la otra, un conversor análogo digital en módulo NIM 2003.

El 2003 digitaliza los pulsos provenientes del amplificador con una exactitud de 12 bits. Es del tipo de aproximaciones sucesivas con corrección de la no linealidad diferencial. La otra tarjeta realiza entre otras, la función de enlace entre el bus de la microcomputadora y la salida del conversor, para ello utiliza un circuito Zilog Z80B (6MHz). Un programa emulador convierte la computadora en un analizador multicanal, lo cual permite el procesamiento del espectro almacenado.

La fuente de alimentación de bajo voltaje alimenta a los distintos módulos con un voltaje de  $\pm 12V$ ,  $\pm 24V$ .

#### 4. APLICACIONES.

##### *Identificación y clasificación de metales:*

Análisis multielemental de metales ferrosos y no ferrosos; hierro y acero aleado de alta/baja; aleaciones basadas en cobalto, níquel y titanio; aleaciones de aluminio, bronce. Todo lo anterior en distintas formas como láminas, alambres, polvos, etc.

##### *Minería y minerales:*

Minerales metálicos y no metálicos ej. Ag, Pb, Zn, Cu, Ni, Fe, Mn, Cr, Mo, en minerales para el control de la exploración, desarrollo y control de la mina y beneficio. Incluye suelos,

rocas, arcillas, vidrios, refractarios, arenas, hullas, bauxita, cemento, etc.

##### *Papel y pulpa:*

Relleno inorgánico en el papel, densidad de recubrimiento en papeles, papeles con recubrimiento lignosulfonatados, etc.

##### *Control del medio ambiente:*

Elementos contaminantes ej. Pb, As, Cr, Cd, en desechos industriales. PCB en aceites de transformadores, S en hulla, en petróleo. Trazas de elementos de las aguas residuales.

Determinación de elementos contaminantes en las muestras de partículas de filtros de aire, ej. aire ambiente, higiene industrial, anomalías en árboles, etc.

##### *Fibras, películas y recubrimientos:*

Bromuro de plata en las películas fotográficas. Retardadores de llama (P, Cl, Br, Sb) en plástico. Sn en tubos de PVC. Ni y otros metales en películas. Pigmentos de metales en tintas de impresión, etc..

##### *Química y control de procesos:*

Relación  $CaO/P_2O_5$  en las plantas de ácido fosfórico. Catalizadores inorgánicos (Al, Cl, Mo) en procesos continuos. Contaminación de catalizadores. Metales de transición Fe y Ni en organometálicos.

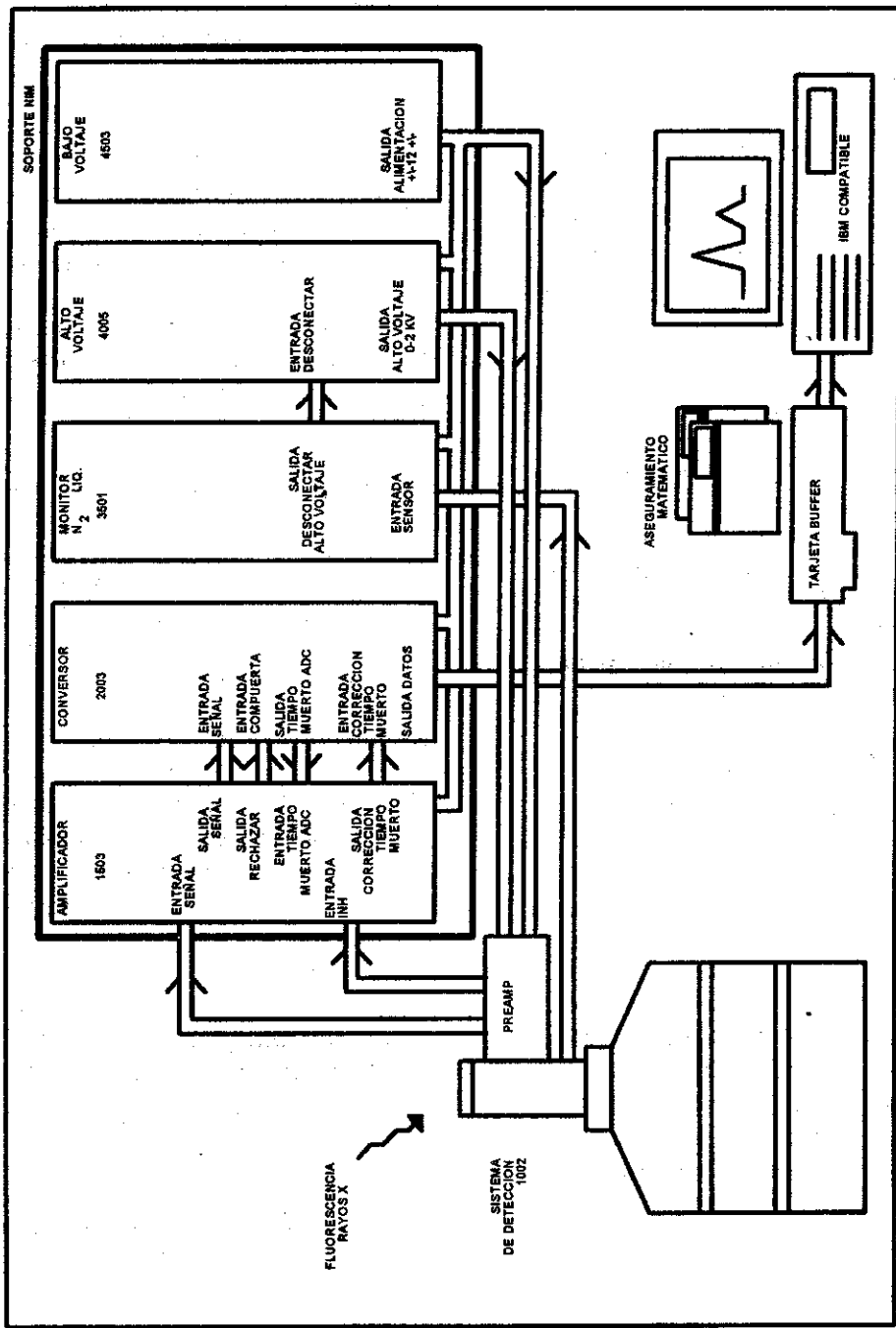
Control de fórmulas en: plásticos de ignición retardada; detergentes; fertilizantes; aditivos y metales de desgastes en aceites de lubricación; S, V y Ni en petróleo crudo y coque.

##### *Medicina:*

En la medición de diferentes muestras ej. sangre, cabello, etc como medio de diagnóstico.

##### *Agricultura:*

Formulación de fertilizantes. Caracterización de suelos.



**FIGURA 1: ESQUEMA EN BLOQUES DEL ANALIZADOR DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X DISPERSIVA EN ENERGIA FRAX 703.**