

nación conjunta de los elementos angulares y lineales de orientación externa de los fotogramas, porque su determinación por separado (como en nuestro caso) provoca desigual exactitud en estos

grupos de elementos. Todo esto tiene gran importancia en el caso de levantamientos desde distancias cortas. Además, hay que tener en cuenta la distorsión del objetivo de la cámara.

#### REFERENCIAS

1. LOBANOV, A.N.: Fototopografía, Moscú, Nedra, 1983.

2. SERDIUKOV, V.M.: Fotogrametría en trabajos de construcción ingenieriles Moscú, Nedra, 1977.

CDU: 543.426 : 549.263 (729.1)

#### ANÁLISIS COMPARATIVO DE DIFERENTES SISTEMAS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X, PARA LA DETERMINACIÓN DE FE Y NI EN MENAS LATERÍTICAS CUBANAS

C.Dr. Juan Julián Meitín Casas . Centro Nacional de Investigaciones Científicas  
Lic. Fermín de la Fuente Calvo . Centro Nacional de Investigaciones Científicas

#### RESUMEN

Se analizaron los resultados de la aplicación de varios métodos de análisis por fluorescencia de rayos X, de dispersión energética y de no dispersión, así como diferentes métodos matemáticos para la corrección de los efectos de la matriz en muestras de menas lateríticas para la determinación de Fe y Ni.

Este trabajo tiene como objetivo escoger el método más adecuado para el desarrollo de un instrumento radioisotópico para la determinación del contenido de Fe y Ni, y también, crear las bases para el desarrollo posterior de un analizador multielemental de menas y minerales.

Para la obtención de la radiación característica de los elementos analizados se utilizó una fuente de Pu 238, detectores de centelleo, proporcional, y semiconductores de Si (Li) y Ge puro.

#### ABSTRACT

The application of several energy dispersive and non-dispersive x-ray fluorescence methods, and different mathematical methods for matrix effect correction, were used for Fe and Ni content determination in lateritic ores.

The aim of the present paper is the selection of the most suitable method for the development of a radioisotope instrument for Fe and Ni contents determination, and to the proper grounds for the further developments of a multi-element analyzer for ores and minerals.

In order to obtain the characteristic radiation of the analysed elements, a Pu 238 source, scintillation detectors, as well as proportional, Si (Li) and Ge semiconductors were used.

INTRODUCCION

La determinación rápida del contenido de hierro y níquel en las menas lateríticas es un problema importante para nuestra industria minera.

El empleo de la fluorescencia de rayos X, tiene numerosas ventajas para la realización de los análisis del contenido de éstos y de otros elementos en rocas, menas y minerales. Entre ellas podemos citar: rapidez (los análisis se realizan en pocos minutos mientras que con otras técnicas se requieren horas), precisión, exactitud, carácter no destructivo, no se requiere de una elaborada preparación de la muestra ya que sólo se necesita su molida y no se consumen reactivos químicos, lo cual representa un considerable ahorro.

Se debe destacar también el hecho de la posibilidad de diseñar y construir equipos radioisotópicos [1-2] de fácil operación para el análisis cotidiano en el laboratorio industrial, por ejemplo: el caso de los análisis de hierro y los equipos radioisotópicos desarrollados para muestra industria del níquel.

Métodos experimentales

La instrumentación empleada fue la siguiente:

1. Espectrómetro de Fluorescencia de rayos X, de dispersión de la energía, con detector de Si (Li) de 190 eV de resolución 1 [ 1 ]
2. Espectro de Fluorescencia de rayos X, de dispersión de la energía, con detector de Ge intrínseco de 165 eV de resolución.
3. Instalación, no dispersiva, con detector proporcional de Xe y filtros de borde de absorción de Fe y Ni [ 1 ]
4. Analizador Radioisotópico portátil, con detector de centelleo y filtros diferenciales balanceados para la determinación de Fe y Ni 8 [ 8 ]

Fueron empleadas fuentes de Pu 238 : anulares en las instalaciones 1 y 2 de discos en las instalaciones 3 y 4 .

Se utilizaron 16 muestras naturales de menas lateríticas de contenido de Fe y Ni conocido.

Para la determinación de las concentraciones y la corrección de efectos interferentes fueron utilizados los siguientes métodos matemáticos:

I Regresión múltiple

$$W_1 = AI_2 + BI_2 + C \quad (1)$$

$$W_2 = DI_1 + EI_2 + F \quad (2)$$

II Regresión polinomial

$$W = CO + C_1I + C_2I^2 + C_3I^3 + \dots + C_n I^n \quad (3)$$

III Métodos de Lucas-Tooth [3]

$$W_i = a_i + I_i (b_i + k_{ij} I_j) \quad (4)$$

TABLA 1 ANALISIS DE HIERRO

Muestra	C <sub>Fe</sub>	Ge intr.		POXA - 6	Si (Li)	PROP.	Xe	FILTROS	Fe - Ni
		R.P.(2)	LT	LT.	L.T.	R.P (2)	IF	R.P(2)If/Id	LT.(If/Id)
1	8,5	8,19	8,17	8,49	8,49	8,55		8,93	8,79
2	13,1	12,89	12,90	12,73	13,25	13,02		12,76	12,72
3	15,8	16,03	16,08	16,14	15,94	15,39		15,27	15,55
4	23,8	23,78	23,77	23,57	22,83	23,35		23,87	22,95
5	38,4	38,21	36,20	39,92	40,30	37,99		37,72	37,21
6	42,4	42,21	42,21	41,99	41,78	42,29		43,32	42,52
7	36,7	37,57	37,52	36,26	36,49	37,01		37,19	36,92
8	45,7	46,25	46,32	45,38	46,13	44,28		44,75	44,48
9	47,6	47,21	47,21	49,07	47,38	48,09		48,00	47,62
10	48,0	47,96	47,95	47,35	48,64	49,36		49,22	49,18
11	35,8	-	-	35,72	35,56	37,26		36,94	36,39
12	25,7	-	-	25,84	25,41	25,27		25,44	25,98
13	30,9	-	-	30,51	31,28	31,39		31,27	31,74
14	10,1	-	-	9,97	9,84	10,11		10,31	10,05
15	54,6	-	-	54,88	34,77	53,80		55,59	54,17
16	46,8	-	-	47,25	-	45,99		46,94	46,64
Dev. Típica		0,46	0,50	0,71	0,74	0,81		0,74	0,75

TABLA 2 ANALISIS DE NIQUEL

Muestra	C <sub>Ni</sub>	Ge intr.		POXA - 6	Si (Li)		PROP. Xe Filtro	Fe - Ni
		L.T	L.T	L.T	I1 I2	L.T (If/Id)	I1 I2 (If/Id)	
1	0,53	0,55	0,66	0,59	0,73		0,53	0,65
2	0,66	0,65	0,46	0,59	0,58		0,73	0,75
3	0,59	0,63	0,66	0,58	0,53		0,75	0,57
4	1,19	1,18	1,13	1,18	1,07		1,13	1,05
5	1,30	1,14	1,30	1,38	1,16		1,44	1,42
6	1,32	1,26	1,27	1,27	1,08		1,04	0,97
7	1,42	1,51	1,10	1,47	1,23		1,35	1,36
8	0,82	0,74	0,91	0,90	0,85		1,23	1,25
9	1,04	1,13	1,01	1,05	0,96		1,19	1,28
10	0,88	1,19	1,06	0,85	0,83		1,03	1,13
11	1,83	-	1,71	1,80	1,48		1,47	1,45
12	0,57	-	0,76	0,54	0,47		0,99	0,73
13	1,35	-	1,48	1,33	1,14		1,08	0,86
14	0,97	-	0,88	0,96	1,19		0,73	1,09
15	0,84	-	0,74	0,82	0,86		0,68	0,82
16	1,18	-	1,27	-	1,21		1,05	1,08
Dev. Típica		0,16	0,16	0,05	0,18		0,26	0,27

TABLA 3

Sistema de medición	Corrección	Desviación típica	
		Fe	Ni
Si (Li) Det. Semiconductor	Lucas-Tooth	0,74	0,05
	Regresión múltiple	-	0,18
Ge puro Det. Semiconductor	Lucas-Tooth	0,50	0,16
	Regresión polinomial (grado 2)	0,46	-
Proporcional Xe con filtros	Lucas-Tooth ( $I_F/I_D$ )	0,75	0,26
	Regre. Pol (2) "	0,74	-
	Regre. Pol (2) ( $I_F$ )	0,81	-
	Regre. Mult( $I_F/I_D$ )	-	0,27
Centelleo (POXA-6) con filtros diferenciales balanceados	Lucas-Tooth	0,71	0,16

## RESULTADOS

En las tablas 1 y 2 se dan los resultados de la aplicación de las diferentes instalaciones y de los modelos matemáticos citados para la determinación de Fe y Ni respectivamente.

En todos los casos se dan los valores de la desviación típica de la diferencia entre el valor dado por el método y el del método químico de referencia de acuerdo con la fórmula siguiente [ 6 ] .

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (X_{ai} - X_i)^2}{M - P}} \quad (5)$$

Donde

- $X_a$  Valor de la concentración en el análisis químico de referencia.  
 $X$  Valor de la concentración por el método empleado.  
 $M$  Número de muestras.  
 $P$  Número de parámetros del método matemático a emplear.

En la tabla 3 se da el resumen de estos resultados.

Se puede observar que los mejores resultados se obtienen, para hierro con la instalación del detector de Ge (0,46-0,50) ; y para el níquel con la instalación de Si (Li) (0,05), con la instalación de detector de Ge (0,16) y con los filtros diferenciales balanceados (0,16). Dichos resultados se alcanzan para hierro utilizando como modelo la corrección, el ajuste polinomial de segundo grado y el modelo de Lucas-Tooth . Para el níquel en todos los casos con el modelo de Lucas-Tooth, pues como la concentración de níquel necesita para su cálculo de las intensidades de Fe y Ni para poder corregir los efectos de absorción y reforzamiento no es factible utilizar el ajuste polinomial.

Sin embargo estas soluciones requieren del uso de instalaciones de detector semiconductor que necesitan condiciones especiales las cuales son útiles en los laboratorios bien equipados y para los cuales es necesario una importante inversión en equipamiento, sin embargo, este trabajo nos muestra también la factibilidad de utilizar equipos radioisotópicos más sencillos y menos costosos que se pueden desarrollar a partir de las instalaciones no dispersivas utilizando filtros diferenciales, o la de detector

proporcional con filtros de borde de absorción con las cuales se puede alcanzar, como muestran las tablas anteriores un error aceptable en la determinación de Fe (0,71-0,75) y Ni (0,16-0,26), respectivamente utilizando las correcciones matemáticas correspondientes.

Las instalaciones espectrométricas con detector semiconductor, pudieran emplearse con elementos de gran utilidad en la calibración de estos equipos.

## REFERENCIAS

1. AUGUSTYNSKI , Z. ; B. DZIUNIKOWKI y J.J. MEITIN : "Determination of nickel in lateritic ore by various techniques of energy dispersive X-ray fluorescence analysis" . Journal of Radioanalytical Chemistry , v. 63, p. 325-334 , 1981 .
2. INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY ASSOCIATION : "Radioisotope X-ray spectrometry" . I.A.E.A. Technical Report , n . 115 , 1977 .
3. LUCAS-TOOTH , H.J. : "A mathematical method for the investigation of interelement effects in X-ray fluorescence analysis" . Metallurgia , v . 54, p.149-152 , 1961 .
4. MEITIN , J.J. : "Desarrollo de métodos de fluorescencia de rayos x radioisotópica para el análisis de Fe y Ni en los minerales lateríticos. Tesis de Candidatura, CENIC , 1980 .
5. MEITIN J.J. y MANUEL MARRERO : "Determination of the content of lateritic ores by radioisotope X-ray fluorescence. Radiochemical and Radioanalytical Letters , v.12 , p.163-169 , 1972 .
6. PARUS , J.L. et al : "Data evaluation in non-dispersive X-ray fluorescence analysis of copper ores processing materials" Journal of Radioanalytical Chemistry , v.44 , p. 137-144 , 1978.
7. RHODES , J.R. : "Radioisotope X-ray spectrometry" The Analyst v.91 , p. 683-699 , 1966 .
8. \_\_\_\_\_ : "Analizador radioisotópico Poxa-6 . Instituto de Física e Ingeniería Nuclear, Bucarest, Rumania .